



PCT

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

<p>(51) 国際特許分類7 C01B 33/44, C09C 1/40, C09K 3/00, A01G 9/14, 13/02</p>	<p>A1</p>	<p>(11) 国際公開番号 WO00/32515</p> <p>(43) 国際公開日 2000年6月8日(08.06.00)</p>		
<table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; vertical-align: top; padding: 5px;"> <p>(21) 国際出願番号 PCT/JP99/06651</p> <p>(22) 国際出願日 1999年11月29日(29.11.99)</p> <p>(30) 優先権データ 特願平10/355454 1998年12月1日(01.12.98) JP 特願平11/115178 1999年4月22日(22.04.99) JP 特願平11/307498 1999年10月28日(28.10.99) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 協和化学工業株式会社 (KYOWA CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.)(JP/JP) 〒761-0113 香川県高松市屋島西町305番地 Kagawa, (JP)</p> <p>(72) 発明者 ; および (75) 発明者 / 出願人 (米国についてののみ) 高橋秀夫(TAKAHASHI, Hideo)(JP/JP) 〒762-0015 香川県坂出市大屋富町2093-2 Kagawa, (JP) 岡田 彰(OKADA, Akira)(JP/JP) 〒760-0073 香川県高松市栗林町3-10-12 Kagawa, (JP)</p> <p>(74) 代理人 弁理士 小田島平吉, 外(ODAJIMA, Heikichi et al.) 〒107-0052 東京都港区赤坂1丁目9番15号 日本自転車会館 小田島特許事務所 Tokyo, (JP)</p> </td> <td style="width: 50%; vertical-align: top; padding: 5px;"> <p>(81) 指定国 AU, BR, CA, CN, CZ, HU, KR, PL, SK, TR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p> </td> </tr> </table>			<p>(21) 国際出願番号 PCT/JP99/06651</p> <p>(22) 国際出願日 1999年11月29日(29.11.99)</p> <p>(30) 優先権データ 特願平10/355454 1998年12月1日(01.12.98) JP 特願平11/115178 1999年4月22日(22.04.99) JP 特願平11/307498 1999年10月28日(28.10.99) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 協和化学工業株式会社 (KYOWA CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.)(JP/JP) 〒761-0113 香川県高松市屋島西町305番地 Kagawa, (JP)</p> <p>(72) 発明者 ; および (75) 発明者 / 出願人 (米国についてののみ) 高橋秀夫(TAKAHASHI, Hideo)(JP/JP) 〒762-0015 香川県坂出市大屋富町2093-2 Kagawa, (JP) 岡田 彰(OKADA, Akira)(JP/JP) 〒760-0073 香川県高松市栗林町3-10-12 Kagawa, (JP)</p> <p>(74) 代理人 弁理士 小田島平吉, 外(ODAJIMA, Heikichi et al.) 〒107-0052 東京都港区赤坂1丁目9番15号 日本自転車会館 小田島特許事務所 Tokyo, (JP)</p>	<p>(81) 指定国 AU, BR, CA, CN, CZ, HU, KR, PL, SK, TR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p>
<p>(21) 国際出願番号 PCT/JP99/06651</p> <p>(22) 国際出願日 1999年11月29日(29.11.99)</p> <p>(30) 優先権データ 特願平10/355454 1998年12月1日(01.12.98) JP 特願平11/115178 1999年4月22日(22.04.99) JP 特願平11/307498 1999年10月28日(28.10.99) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 協和化学工業株式会社 (KYOWA CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.)(JP/JP) 〒761-0113 香川県高松市屋島西町305番地 Kagawa, (JP)</p> <p>(72) 発明者 ; および (75) 発明者 / 出願人 (米国についてののみ) 高橋秀夫(TAKAHASHI, Hideo)(JP/JP) 〒762-0015 香川県坂出市大屋富町2093-2 Kagawa, (JP) 岡田 彰(OKADA, Akira)(JP/JP) 〒760-0073 香川県高松市栗林町3-10-12 Kagawa, (JP)</p> <p>(74) 代理人 弁理士 小田島平吉, 外(ODAJIMA, Heikichi et al.) 〒107-0052 東京都港区赤坂1丁目9番15号 日本自転車会館 小田島特許事務所 Tokyo, (JP)</p>	<p>(81) 指定国 AU, BR, CA, CN, CZ, HU, KR, PL, SK, TR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p>			
<p>(54)Title: HYDROTALCITE COMPOUND, PROCESS FOR PRODUCING THE SAME, AND AGRICULTURAL FILM CONTAINING THE SAME</p> <p>(54)発明の名称 ハイドロタルサイト系化合物、その製法、及びそれを含有する農業用フィルム</p>				
<p>(57) Abstract</p> <p>A hydrotalcite compound which has the excellent ability to absorb infrared rays and has excellent light transmission when contained in an agricultural film; a process for producing the compound; and an infrared absorber and an agricultural film both containing the compound. The hydrotalcite compound is characterized by retaining as the interlaminal anions at least one kind of anions selected among ions of silicon-, phosphorus-, and boron-containing polymeric oxyacids and another kind of anions.</p>				
<p>BEST AVAILABLE COPY</p>				

(57)要約

優れた赤外線吸収能力と、農業用フィルムに含有させた場合に優れた光通過性を示すハイドロタルサイト化合物、及びその製造方法、及びこれを含む赤外線吸収剤や農業用フィルムを提供する。

本発明のハイドロタルサイトは、層間のアニオンとしてその一部及び／または全部が珪素系、燐系及び硼素系多量体酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオンとそれ以外のアニオンとを保持していることを特徴とする。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE アラブ首長国連邦
AL アルバニア
AM アルメニア
AT オーストラリア
AU オーストラリア
AZ アゼルバイジャン
BA ボスニア・ヘルツェゴビナ
BB バルバドス
BE ベルギー
BF ブルキナ・ファソ
BG ブルガリア
BJ ベナン
BR ブラジル
BY ベラルーシ
CA カナダ
CF 中央アフリカ
CG コンゴ
CH スイス
CI コートジボアール
CM カメルーン
CN 中国
CR コスタ・リカ
CU キューバ
CY キプロス
CZ チェッコ
DE ドイツ
DK デンマーク

DM ドミニカ
EE エストニア
ES スペイン
FI フィンランド
FR フランス
GA ガボン
GB 英国
GD グレナダ
GE グルジア
GH ガーナ
GM ガンビア
GN ギニア
GW ギニア・ビサウ
GR ギリシャ
HR クロアチア
HU ハンガリー
ID インドネシア
IE アイルランド
IL イスラエル
IN インド
IS アイスランド
IT イタリア
JP 日本
KE ケニア
KG キルギスタン
KP 北朝鮮
KR 韓国

KZ カザフスタン
LC セントルシア
LI リヒテンシュタイン
LK スリ・ランカ
LR リベリア
LS レント
LT リトアニア
LU ルクセンブルグ
LV ラトヴィア
MA モロッコ
MC モナコ
MD モルドヴァ
MG マダガスカル
MK マケドニア
ML マリ
MN モンゴル
MR モーリタニア
MW マラウイ
MX メキシコ
NE ニジェール
NL オランダ
NO ノルウェー
NZ ニュージーランド
PL ポーランド
PT ポルトガル
RO ルーマニア

RU ロシア
SD スーダン
SE スウェーデン
SG シンガポール
SI スロヴェニア
SK スロヴァキア
SL シエラ・レオネ
SN セネガル
SZ スワジランド
TD チャード
TG トーゴ
TJ タジキスタン
TZ タンザニア
TM トルクメニスタン
TR トルコ
TT トリニダード・トバゴ
UA ウクライナ
UG ウガンダ
US 米国
UZ ウズベキスタン
VN ヴェトナム
YU ユーゴスラビア
ZA 南アフリカ共和国
ZW ジンバブエ

明 細 書

5 ハイドロタルサイト系化合物、その製法、及びそれを含有する農業用フィルム

技術分野

- 10 本発明は、優れた赤外線吸収能力と農業用フィルムに含有させた場合に優れた光通過性を示す特性を有するハイドロタルサイト系化合物及びその製法、該ハイドロタルサイト系化合物を有効成分とする赤外線吸収剤並びに該赤外線吸収剤を含有する農業用フィルムに関する。

背景技術

- 15 従来、農作物のハウス栽培やトンネル栽培には、農業用フィルムが広く使用されている。この農業用フィルムには光通過性と保温性を兼備する事が要望される。即ち、昼間波長 $0.29\mu\text{m}\sim 4.3\mu\text{m}$ の太陽光線によって昇温したハウスやトンネル内の温度は、夜間、特に晴天時の夜間においては、放射冷却によって急激に低温となるが、これらハウスやトンネル内部の急激な低温化が農作物の生育に悪影響を及ぼす。急激な低温化
20 の原因としては、種々の要因があるとされているが、その一つに夜間に地面や栽培植物等から外部への熱放射（長波長の赤外線として放射）することにより低温化するという提案がある。この提案では、熱放射を黒体放射（輻射）エネルギー： $E\lambda \cdot d\lambda$ ($\text{erg} \cdot \text{sec}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$) としてプ

ランクの式：下記式（３）から算出する方法をとっており、

$$E_{\lambda} \cdot d\lambda = 2\pi h C^2 / [\lambda^5 \{e^{(hC/\lambda kT)} - 1\}] \cdot d\lambda \quad \dots\dots (3)$$

- 5 λ ：波長、 h ：プランクの常数、 C ：真空中の光速度、
 k ：ボルツマン常数、 T ：絶対温度

この計算から赤外線領域、特に 1000 cm^{-1} を最大として $400 \sim 2000\text{ cm}^{-1}$ の赤外線（黒体放射エネルギー）が $30 \sim -10^{\circ}\text{C}$ の温度範囲では放出されるためと言われている。

- 10 よってこのようなハウスやトンネル内部の急激な低温化を防止するために、赤外線吸収能力を持った保温性フィルムが使用されている。このような保温性フィルムは、基材の熱可塑性樹脂自身に赤外線吸収能力を持った物を用いるか、或いは熱可塑性樹脂中に赤外線吸収能力（特に $400 \sim 2000\text{ cm}^{-1}$ での赤外線吸収能）を有する材料、即ち赤外線吸
 15 収剤を含有させることによりフィルムに赤外線吸収能力を持たせる方法が取られている。赤外線吸収剤としては、例えばシリカやケイ酸塩、リチウム、カルシウム、マグネシウム、アルミニウムの水酸化物もしくは酸化物、アルミン酸塩、硼酸塩又は硫酸塩、ハイドロタルサイト系化合物などが用いられている。

- 20 この中でもハイドロタルサイト系化合物は、赤外線吸収能力や樹脂に配合した場合の光通過性がシリカやケイ酸塩、或いはリチウム、カルシウム、マグネシウム、アルミニウムの水酸化物もしくは酸化物、或いはアルミン酸塩、硼酸塩又は硫酸塩などより優れていることから赤外線吸収剤として特に有用であり、多くの特許出願がなされている。（ハイド

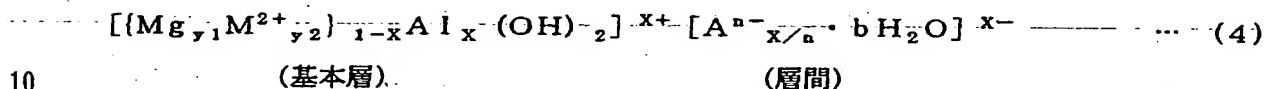
ロタルサイトは、MgとAlから成る複合水酸化物層（基本層）及びアニオン（例えば炭酸イオン）と層間水から成る層間が繰り返す層状構造を持った複合水酸化物塩である。本特許中の式（１）や（４）で示されているものはMgとAl或いはMgと他の２価金属とAlから成る基本層及びアニオンと層間水から成る層間を持った複合水酸化物塩であり、また式（２）や（５）で示されているものも、基本層の組成は違うが、LiとAl或いはLiと２価金属とAlから成る基本層及びアニオンと層間水から成る層間を持った複合水酸化物塩であり、上記ハイドロタルサイトと同様な又は類似な構造をしたものである。よって本特許中では、
10 これらを総称してハイドロタルサイト系化合物と表し、また式（１）や（４）で示されたようなハイドロタルサイト系化合物をMg-Alハイドロタルサイト系化合物と、式（２）や（５）で示されたようなハイドロタルサイト系化合物をLi-Alハイドロタルサイト系化合物と表す）

Mg-Alハイドロタルサイト系化合物に関する特許としては、例えば、
15 ば、特公昭62-31744号公報（＝USP4,686,791及びEP142,773）、特公昭62-53543号公報、特公昭62-41247号公報、特公昭63-175072号公報、特公昭63-115743号公報、特公昭63-149147号公報、特公昭63-149148号公報、特公昭64-6041号公報、特公平4-11107
20 号公報、特公平6-6363号公報、特公平6-6364号公報や特開平9-176390号公報などが、Li-Alハイドロタルサイト系化合物に関する特許としては、例えば、特開平7-300313号公報（＝EP672,619）、特開平9-142835号公報（＝EP790,214）、特開平9-279124号公報、特再平9-800828号

公報 (= USP 5,767,179 及び EP 778,241)、特開平 9-235420 号公報 (= EP 781,800)、特開平 10-52895 号公報、特開平 10-235776 号公報や特開平 10-226739 号公報などが挙げられる。

- 5 これら出願の中で示されているハイドロタルサイト系化合物は色々な組成式で表されているが、概して下記式 (4) または (5) で表される。

< Mg-Al ハイドロタルサイト系化合物の一般式 >



上記式において、

M^{2+} は、Zn、Ca 及び Ni の少なくとも一種の 2 価金属イオンを示す。

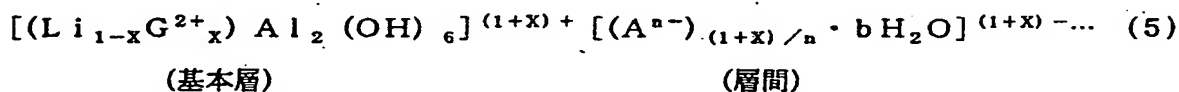
A^{n-} は n 価のアニオンを示し、例えば Cl^- 、 Br^- 、 I^- 、 NO_3^- 、

- 15 ClO_4^- 、 $H_2PO_4^-$ 、 HBO_3^{2-} 、 SO_4^{2-} 、 CO_3^{2-} 、 SiO_3^{2-} 、 HPO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 、 $Fe(CN)_6^{3-}$ 、 $Fe(CN)_4^{4-}$ などの無機酸や有機酸が挙げられる。

X、 y_1 、 y_2 及び b は、それぞれ下記条件を満足する正数を示す。

$0 < X \leq 0.5$ 、 $y_1 + y_2 = 1$ 、 $y_1 \leq 1$ 、 $y_2 < 1$ 、 $0 \leq b < 2$

- 20 < Li-Al ハイドロタルサイト系化合物の一般式 >



G^{2+} は、Mg、Zn、Ca及びNiの少なくとも一種の2価金属イオンを示す。 A^{n-} は、 n 価のアニオンを示し、

X及びbは、それぞれ下記条件を満足する正数を示す。

$$0 \leq X < 1, \quad 0 \leq b < 5$$

- 5 この中でも多くの場合、層間に炭酸イオンを保持したハイドロタルサイト系化合物（以下、炭酸イオン型ハイドロタルサイト系化合物と表す）が用いられている。

しかしながら、例えば炭酸イオン型Mg-Alハイドロタルサイト系化合物の場合、400～800及び1400 cm^{-1} 付近の赤外線吸収能力は良好なものの、900～1300 cm^{-1} 付近ににかけての赤外線吸収能力に乏しいものであった。これを赤外線吸収剤として700と1300～1500 cm^{-1} 付近にしか赤外線吸収能力が無いポリエチレンを基材とする農業用フィルムに含有させた場合、その農業用フィルムの赤外線吸収能力は、ポリエチレンと赤外線吸収剤の両者の赤外線吸収能力を合わせたものとなり、900～1300 cm^{-1} 付近の赤外線吸収能力が乏しく、すなわち保温性が低いものとなっていた。また炭酸イオン型Li-Alハイドロタルサイト系化合物では、1000 cm^{-1} 付近に吸収はあるものの強い吸収ではなく、更に全体の赤外線吸収能力から見ると炭酸イオン型Mg-Alハイドロタルサイト系化合物と同程度であった。またこれらを含有した農業用フィルムは、他の赤外線吸収剤を含有したものと比較して優れた光通過性を示すとされているが、充分満足できるものではなかった。

Mg-Alハイドロタルサイト系化合物の赤外線吸収能力を高める方法としては、特公昭62-31744号公報（=USP4,686,79

1 及びEP 1 42, 773) 中に例示されている H_2PO_4^- 、 HPO_4^{2-} 、
2 PO_4^{3-} 、 HBO_3^{2-} や SiO_3^{2-} 等のいわゆる珪素系、磷系及び硼素系
3 の単量体酸素酸イオンを層間に保持させることにより、900～130
4 0 cm^{-1} 付近の赤外線吸収能を持たせることができ、またLi-AIハ
5 イドロタルサイト系化合物においても同様なことが考えられた。しかし
6 ながら、これらのアニオンを保持させたハイドロタルサイト系化合物を
7 赤外線吸収剤として農業用フィルムに含有させた場合、農業用フィル
8 ムの保温性はある程度向上できるが、充分満足できるものではなく、更に
9 フィルムでの光通過性は従来の炭酸イオン型ハイドロタルサイト系化合
10 物の場合と同等或いは劣るものであった。

11 また最近では、ハイドロタルサイト系化合物の更なる赤外線吸収能力
12 の改善として、特開平8-217912号公報(=EP 708,056)
13 や特再平9-800828号公報(=USP 5,767,179及びEP
14 778,241)において層間のアニオンとして縮合した珪酸イオン及
15 び／または縮合した磷酸イオン(以下、珪素系及び／または磷系の多量
16 体酸素酸イオンと表す)を保持させたハイドロタルサイト系化合物が提
17 案されている。これらは、多量体化した珪素系や磷系の酸素酸イオンを
18 層間に保持させることにより、珪素系や磷系の酸素酸イオンをより多く
19 保持させて赤外線吸収能力を向上させることを目的としたものであった。
20 更には同方法により、ハイドロタルサイト系化合物の屈折率を農業用フィ
21 ルムに用いられる熱可塑性樹脂に近づけることができ、それらを含有さ
22 せたフィルムは光通過性も改善することができるとされていた。具体的
23 には、炭酸イオン型ハイドロタルサイト系化合物は、層間の間隔が(0
24 03)面或いは(002)面で約7.6 Å、屈折率が1.51～1.5

3であったものが、特開平8-217912号公報(=EP708,056)や特再平9-800828号公報(=USP5,767,179及びEP778,241)において示されているような、例えば珪素系多量体酸素酸イオンを保持したヒドロタルサイト系化合物の層間の間隔は、(003)面或いは(002)面で最大11.9Åへと広がり、それにより屈折率は1.49~1.52へと低下し、また農業用フィルムに用いられる熱可塑性樹脂、例えばエチレン-酢酸ビニル共重合体の屈折率は1.49~1.50と言われおり、特開平8-217912号公報(=EP708,056)や特再平9-800828号公報(=USP5,767,179及びEP778,241)において示されているようなヒドロタルサイト系化合物を農業用フィルムに含有させた場合、フィルムの光通過性は改善されるとされていた。

しかしながら本発明者らがそれらを追試した結果、農業用フィルムにおける赤外線吸収能力は改善できるものの、光通過性については従来のヒドロタルサイト系化合物と比較してこれらも同等或いは劣るものであった。フィルムでの光通過性が向上しない原因は、明確には分らないが、その内の一つとして農業用フィルムに用いられる樹脂に特開平8-217912号公報(=EP708,056)や特再平9-800828号公報(=USP5,767,179及びEP778,241)において記載されている珪素系や燐系の多量体酸素酸イオンを保持させたヒドロタルサイト系化合物を練り込む時の加工温度が起因していると思われる。

従って、これまで周知の赤外線吸収剤では、優れた赤外線吸収能力と農業用フィルムに含有させた場合の優れた光通過性を付与できる両方の

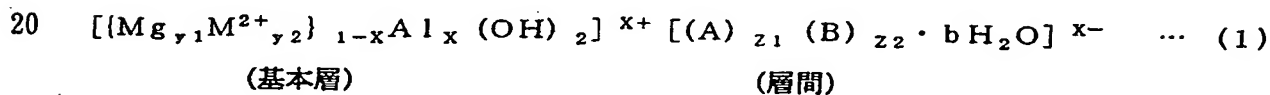
特性を充分満足できるものは無かった。

発明の開示

本発明の目的は、優れた赤外線吸収能力を持つと共に、農業用フィルムに含有させた場合優れた光通過性を付与できる物質、またその製法、
5 更に、これを有効成分とする赤外線吸収剤及びその赤外線吸収剤を含有させた、優れた保温性と優れた光通過性を兼備した農業用フィルムを提供することにある。

本発明者らは、上記のような課題を考慮して研究を行った結果、層間に珪素系、燐系及び硼素系酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオンで
10 あり、且つその一部及び／または全部が珪素系、燐系及び硼素系多量体酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオンとそれ以外のアニオンとを保持させた下記式（１）または（２）で表されるハイドロタルサイト系化合物が優れた赤外線吸収能力と農業用フィルムに含有させた場合、優れた光通過性を付与できるものであることを発見し、発明に至った。従って該ハイドロタルサイト系化合物を赤外線吸収剤として農業用フィルム
15 に含有させた場合、優れた保温性と優れた光通過性を兼備したフィルムを得ることができる。

<Mg-AIハイドロタルサイト系化合物>



M^{2+} は、Zn、Ca及びNiの少なくとも１種の２価金属イオンを示す。

Aは、珪素系、燐系及び硼素系酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオ

ンを示し、且つその一部及び／または全部が珪素系、磷系及び硼素系多量体酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオンであることを示し、

Bは、A以外のアニオンの少なくとも一種のアニオンを示し、

X、 y_1 、 y_2 、 z_1 、 z_2 及びbはそれぞれ下記条件を満足する。

5 Xは、 $0 < X \leq 0.5$ 、

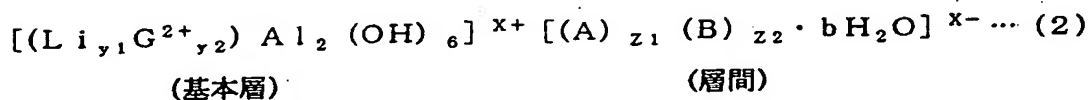
y_1 及び y_2 は、 $y_1 + y_2 = 1$ 、 $y_1 \leq 1$ 、 $y_2 < 1$ 、

Z_1 及び Z_2 は、 $0 < Z_1$ 、 $0 < Z_2$ 、

b は、 $0 \leq b < 2$..

<Li-Al-ハイドロタルサイト系化合物>

10



15 G^{2+} は、Mg、Zn、Ca及びNiの少なくとも一種の2価金属イオンを示す。Aは、珪素系、磷系及び硼素系酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオンを示し、且つその一部及び／または全部が珪素系、磷系及び硼素系多量体酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオンであることを示し、

Bは、A以外のアニオンの少なくとも一種のアニオンを示し、

20 y_1 、 y_2 、 X 、 Z_1 、 Z_2 及び b はそれぞれ下記条件を満足する。

y_1 及び y_2 は、 $0 < y_1 \leq 1$ 、 $0 \leq y_2 < 1$ 、 $0.5 \leq (y_1 + y_2) \leq 1$ 、

X は、 $X = y_1 + 2y_2$ 、

Z_1 及び Z_2 は、 $0 < Z_1$ 、 $0 < Z_2$ 、

bは、 $0 \leq b < 5$

すなわち、本発明のハイドロタルサイト系化合物はAとして珪素系、
磷系及び硼素系酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオンであり、且つ
その一部及び／または全部が珪素系、磷系及び硼素系多量体酸素酸イオ
5 ンの少なくとも一種のアニオン（以下、Aアニオンと表す）とBとして
それ以外のアニオン（以下、Bアニオンと表す）とを層間に保持させた
ものであり、これまでに公知の各種イオン型ハイドロタルサイト系化合
物、特開平8-217912号公報（＝EP708,056）や特再平
9-800828号公報（＝USP5,767,179及びEP778,
10 241）において記載されている珪素系や磷系の多量体酸素酸イオンを
保持させたハイドロタルサイト系化合物、またはそれらの併用を赤外線
吸収剤とした場合には得られなかった優れた赤外線吸収能力と農業用フイ
ルムに含有させた場合、優れた光通過性を付与することができる特性を
兼備したものである。

15 その理由としては、明確には分からないが、特開平8-217912
号公報（＝EP708,056）や特再平9-800828号公報（＝
USP5,767,179及びEP778,241）において記載されて
いる珪素系や磷系の多量体酸素酸イオンを保持させたハイドロタルサイ
ト系化合物の層間水を多く含んだものは、前述したように層間が大きく
20 広がっており、屈折率も農業用フィルムに用いられる熱可塑性樹脂に近
いものとなっていた。しかしながら層間が大きく広がっている為、層間
水はDTA（示差熱分析）によれば、150℃以下で脱離する。一方、
赤外線吸収剤を農業用フィルムに用いられる熱可塑性樹脂に含有させる
場合、通常140～200℃の加工温度で混練し、含有させる。よって

前記のハイドロタルサイト系化合物を赤外線吸収剤として農業用フィルムに用いられる熱可塑性樹脂に含有させた場合、140～200℃の加工温度により該赤外線吸収剤中の層間水が脱離し、広がっていた層間が再び狭り、屈折率も大きく変化し、最終的にフィルム化した場合には、
5 光通過性の悪いものになってしまうと推測される。この現象は、あらかじめ該赤外線吸収剤の層間水を除去したものを、農業用フィルムに用いられる熱可塑性樹脂に練り込み、フィルム化した場合には、更に光通過性が低下することからも想像できる。また該赤外線吸収剤は、多くの珪素系または磷系多量体酸素酸イオンを保持させており、それら化合物の
10 合成時あるいは熱処理による脱層間水時に結晶内部（層間部）で部分的に珪酸塩や磷酸塩化合物が生成し、それがフィルムにおける光通過性に悪影響を与えていることも予想される。

これとは別にAアニオン以外のアニオン、例えば硫酸イオン、炭酸イオン、塩素イオン又は硝酸イオンなどを保持するハイドロタルサイト系
15 化合物の層間水は、200～240℃付近で脱離することが分かっている。本発明のハイドロタルサイト系化合物は、AアニオンとBアニオンとを保持させたものであり、例えば、Bアニオンとして硫酸イオン、炭酸イオン、塩素イオン及び硝酸イオンなどを保持させた場合、それらを層間に保持したハイドロタルサイト系化合物の性質が付加され、140
20 ～200℃の加工温度でも脱離し難い層間水を一部保持して層間間隔が狭まる割合を緩和し、その為屈折率の変化も小さく、従って本発明品を赤外線吸収剤として農業用フィルムに配合した場合、光通過性を低下させ難いものとなると推測される。また、本発明のハイドロタルサイト系化合物は、各アニオンを層間に均一に保持している為、珪酸塩化合物や

磷酸塩化合物の生成も少ないものと推測する。

本発明のハイドロタルサイト系化合物の層間アニオン：Bは、A以外のアニオン、すなわち珪素系、燐系及び硼素系酸素酸イオン以外の少なくとも一種のアニオンであり、その中でも硫酸イオン、炭酸イオン、塩素イオン及び硝酸イオンの少なくとも一種のアニオンが好ましく、硫酸イオン及び炭酸イオンの少なくとも一種のアニオンが更に好ましい。

本発明品を例えば樹脂に含有させる場合、分散性の点から平均二次粒子径が $5\mu\text{m}$ 以下で且つBET比表面積が $30\text{m}^2/\text{g}$ 以下であることが好ましい。また更に分散性を良くする為に、本発明品に高級脂肪酸、アニオン系界面活性剤、リン酸エステル、ノニオン系界面活性剤、シラン、チタネート及びアルミニウム系カップリング剤及び多価アルコールの脂肪酸エステル類等からなる群から選ばれた表面処理剤の少なくとも一種で表面処理しても良い。また、発泡やフィッシュアイの問題を回避する為に、本発明のハイドロタルサイト系化合物またはそれらの表面処理されたものを、熱処理することにより層間水を部分的にまたは全部除去しても良い。

本発明のハイドロタルサイト系化合物は優れた赤外線吸収能力や農業用フィルムに含有させた場合優れた光通過性を付与する特性を有しているので、農業用フィルムの赤外線吸収剤として好適である。特に赤外線吸収剤としては、式(1)及び(2)中で $0.1 \leq ((B)_{Z1} \text{の総電価数}) / X \leq 0.8$ の範囲にあるものが好ましい。従って農業用フィルムに用いられる熱可塑性樹脂に対して、本発明のハイドロタルサイト系化合物を1~30重量%含有するフィルム構造からなる農業用フィルムは、優れた赤外線吸収能力と優れた光通過性を兼備したものとなる。

本発明のハイドロタルサイト系化合物は、あらかじめ層間アニオンがAアニオン以外の少なくとも一種のアニオン、例えば硫酸イオン、炭酸イオン、塩素イオン、硝酸イオンまたは有機酸イオンなどのハイドロタルサイト系化合物を作成しておき、次いでAアニオンにイオン交換することにより製造することができる。この中でも硫酸イオン、炭酸イオン、塩素イオン及び硝酸イオンの少なくとも一種のアニオンを保持したハイドロタルサイト系化合物を作成しておき、次いでAアニオンにイオン交換することが好ましく、更には主として硫酸イオンを保持したハイドロタルサイト系化合物を反応合成時から作成して、その後Aアニオンにイオン交換する方法が、容易且つ安価に製造できる点や更に後述する赤外線吸収能力を補助する点で特に好ましい。

図面の簡単な説明

図1は、実施例2の本発明のハイドロタルサイト類化合物（粉末）をメタロセンポリエチレン（PE）に10重量%含有させた厚み100 μ mのフィルムのIR吸収チャートを示す。

図2は、実施例3の本発明のハイドロタルサイト類化合物（粉末）をメタロセンPEに10重量%含有させた厚み100 μ mのフィルムのIR吸収チャートを示す。

図3は、実施例9の本発明のハイドロタルサイト類化合物（粉末）をメタロセンPEに10重量%含有させた厚み100 μ mのフィルムのIR吸収チャートを示す。

図4は、比較例1のハイドロタルサイト類化合物（粉末）をメタロセンPEに10重量%含有させた厚み100 μ mのフィルムのIR吸収チャートを示す。

図5は、メタロセンPEのみの厚み100 μ mのフィルムのIR吸収チャートを示す。

発明を実施するための最良の形態

本発明のハイドロタルサイト系化合物は、以下のようにして製造することができる。Mg-A1ハイドロタルサイト系化合物の製造方法としては、特公昭47-32198(=USP3,796,792)、特公昭50-30039、特公昭51-29129や特公平4-73457(=USP4,675,356及びEP189,899)等の公知の製法、例えばMgと M^{2+} の塩化物或いは硝酸塩或いは硫酸塩溶液或いは水酸化物とAlの塩化物或いは硝酸塩或いは硫酸塩溶液或いはアルミン酸ナトリウム溶液とアルカリ溶液とで反応させることにより、例えば硫酸イオン、炭酸イオン、塩素イオンまたは硝酸イオンを層間に保持したMg-A1ハイドロタルサイト系化合物スラリーを合成する。2価金属とAlのモル比やMgと M^{2+} のモル比は式(1)中の示された範囲内で任意なものがとれるが、Xとしては $0.2 \leq X \leq 0.5$ が好ましく、 $0.2 \leq X \leq 0.4$ が更に好ましく、 $0.25 \leq X \leq 0.35$ が特に好ましい。また M^{2+} は例示に示されている元素の原子量がMgの原子量よりも大きい為、 M^{2+} のモル比が高くなるとそれだけMg-A1ハイドロタルサイト系化合物の分子量が大きくなることとなり、最終的には赤外線吸収剤としての赤外線吸収能力を低下させる事となるので少ない方が好ましい。よって $y \leq 0.5$ が好ましく、 $y \leq 0.3$ が更に好ましい。次に、その合成したMg-A1ハイドロタルサイト系化合物スラリーを水性媒体中で、例えば約120 $^{\circ}$ C～約250 $^{\circ}$ Cの温度及び約1～約40時間の条件下で水熱処理することにより平均二次粒子径やBET比表面積を調

整したMg-Alハイドロタルサイト系化合物スラリーとする。

- またLi-Alハイドロタルサイト系化合物の製造方法としては、特開平9-142835(=EP790,214)や特開平9-279124などの公知の製法、例えばアルミン酸ナトリウム、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウムなどのアルミニウム水溶液あるいは水酸化アルミニウム、塩基性炭酸アルミニウムと硫酸リチウム、塩化リチウム、硝酸リチウム、水酸化リチウム或いは炭酸リチウム等のリチウム水溶液、また M^{2+} として例えば硫酸マグネシウム、塩化マグネシウム、硝酸マグネシウム等のマグネシウム水溶液あるいは炭酸マグネシウム、水酸化マグネシウム等とアルカリ溶液とで反応させることにより、例えば硫酸イオン、炭酸イオン、塩素イオンまたは硝酸イオンを層間に保持したLi-Alハイドロタルサイト系化合物スラリーを合成する。Li及び/または G^{2+} のモル比とAlやLiと G^{2+} のモル比は式(2)中で示された範囲内で任意なものがとれるが、 $y_1 + y_2$ としては $0.7 \leq (y_1 + y_2) \leq 1$ が好ましく、 $0.9 \leq (y_1 + y_2) \leq 1$ が更に好ましく、 $0.95 \leq (y_1 + y_2) \leq 1$ が特に好ましい。Liと G^{2+} のモル比は、 G^{2+} のモル比が高くなるとLi-Alハイドロタルサイト系化合物の構造を保ちにくくなる為、少ない方が好ましい。よって $y_2 \leq 0.5$ が好ましく、 $y_2 \leq 0.2$ が更に好ましく、 $y_2 \leq 0.1$ が特に好ましい。次に、その合成したLi-Alハイドロタルサイト系化合物スラリーを水性媒体中で、例えば約80℃～約250℃の温度及び約1～約40時間の条件下で水熱処理することにより平均二次粒子径やBET比表面積を調整したLi-Alハイドロタルサイト系化合物スラリーとする。

次に、上記Mg-AIまたはLi-AIハイドロタルサイト系化合物スラリー（炭酸イオン型を除く）と珪素系、磷系及び硼素系の酸素酸イオンを含んだ溶液を混合することにより、合成時のアニオンと珪素系、磷系及び硼素系の酸素酸イオンがイオン交換し、層間のアニオンとして
5 例えばAアニオンと硫酸イオン、炭酸イオン、塩素イオン及び硝酸イオンの少なくとも一種のアニオンとを保持した、また平均2次粒子径やBET比表面積を調整したハイドロタルサイト系化合物を製造することができる。

また、上記の方法で合成した炭酸イオン型Mg-AIまたはLi-AI
10 1ハイドロタルサイト系化合物スラリーからAアニオンにイオン交換をする場合は、あらかじめ硫酸、塩酸、硝酸或いは酢酸のような低分子量の有機酸などの酸溶液を用いて、層間の炭酸イオンの一部及び／又は全部を硫酸イオン、塩素イオン、硝酸イオン或いは有機酸イオンにイオン交換をした後に、例えば珪酸ソーダ、磷酸ソーダまたは硼酸ソーダのよ
15 うなアルカリ性のものを用いてイオン交換することにより製造することもできるし、例えば磷酸のような酸を用いて直接、炭酸イオンと部分的にイオン交換することにより製造することもできる。

上記の各製法の中で、Aアニオンにイオン交換する前に、後述の表面処理剤を添加して表面処理を行い、その後、Aアニオンにイオン交換し
20 ても良い。

本発明のハイドロタルサイト系化合物は、上記に挙げた製法にとらわれるものではなく、その他の方法でも製造することができるが、実際には、原料及び製造コストが高くなったりする。また上記製法の中で酸を用いる方法はハイドロタルサイト系化合物の結晶を傷つけたり、分散性

を阻害するおそれがある。更に炭酸ガスの発生による製造時の問題も発生してくる。よって反応合成時から炭酸イオン型以外のものを作成しておくのが好ましく、その中でも主として硫酸イオンを層間に保持したハイドロタルサイト系化合物を製造することが、容易且つ安価に製造できる点や更に赤外線吸収能力を補助する点で最も好ましい。

A アニオンへのイオン交換時の条件としては、ハイドロタルサイト系化合物スラリーを攪拌しながら珪素系、磷系及び硼素系酸素酸イオンを含んだ溶液を投入後、常温で1分～24時間維持してイオン交換することができるが、60℃以上（珪素系、磷系及び硼素系酸素酸イオンを投入する前から加温していても良い）で1～24時間維持することが好ましく、70℃以上で1～24時間維持することが更に好ましく、80℃以上で1～24時間維持することが特に好ましい。逆に100℃以上になると圧力容器が必要となり、また24時間以上となると生産性の点から好ましくない。

本発明のハイドロタルサイト系化合物のAアニオンとしては、珪素系、磷系及び硼素系の酸素酸イオンが挙げられ、例えば珪素系としては SiO_3^{2-} 、 $\text{Si}_2\text{O}_5^{2-}$ 、 $\text{Si}_3\text{O}_7^{2-}$ 、 $\text{Si}_4\text{O}_9^{2-}$ 、 $(\text{HSiO}_3)^-$ 、 $(\text{HSi}_2\text{O}_5)^-$ 等の $(\text{Si}_n\text{O}_{2n+1})^{2-}$ または $(\text{HSi}_n\text{O}_{2n+1})^-$ （ n は1以上の整数）等で表されるものが、磷系としては PO_4^{3-} 、 $(\text{HPO}_4)^{2-}$ 、 $(\text{H}_2\text{PO}_4)^-$ 、 $(\text{P}_2\text{O}_7)^{4-}$ 、 $(\text{P}_3\text{O}_{10})^{5-}$ あるいは $(\text{P}_3\text{O}_9)^{3-}$ 、 $(\text{P}_4\text{O}_{12})^{4-}$ 、 $(\text{P}_6\text{O}_{18})^{6-}$ 、等の $(\text{P}_n\text{O}_{3n})^{n-}$ または $[(\text{PO}_3)_n]^{n-}$ （ n は3以上の整数）等で表されるものや $(\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7)^{2-}$ のように磷系酸素酸イオンにH基がいくつか付加したもの等が、硼素系としては BO_3^{3-} 、 $(\text{HBO}_3)^{2-}$ 、 $(\text{H}_2\text{BO}_3)^-$ 、 $[\text{B}_3\text{O}_3(\text{OH})_4]^-$ 、 $[\text{B}_5$

$[O_6(OH)_4]^-$ または $[B_4O_5(OH)_4]^{2-}$ 等の単量体酸素酸イオン
や多量体酸素酸イオンが例示できるが、本発明のハイドロタルサイト系
化合物は、課題である赤外線吸収能力を高めることや農業用フィルムに
含有させた場合の光通過性を向上させる為に、その一部及び／または全
5 部を珪素系、磷系及び硼素系多量体酸素酸イオンの少なくとも一種のア
ニオンで保持させたものである。

これら珪素系、磷系または硼素系の酸素酸イオンの原料としては、具
体的には珪素系としてはメタ珪酸ナトリウム、1、2、3号水ガラスや
無定形の SiO_2 を $NaOH$ のような水酸化アルカリ金属水溶液に溶解
10 したものが、磷系としては磷酸や磷酸アルカリ金属水溶液（水素基
を含有したものも含まれる）、また硼素系としては硼酸、硼酸ナトリウ
ム、四硼酸ナトリウムなどが挙げられる。

Bは、A以外のアニオンの少なくとも一種のアニオンであり、例えば
塩素イオン、臭素イオン、沃素イオン、硝酸イオン、炭酸イオン、硫酸
15 イオン、過塩素酸イオン、シアン化鉄イオンなどの無機酸イオンや蟻酸
イオン、酢酸イオン、蔞酸イオンなどの有機酸イオンが挙げられるが、
その中でも硫酸イオン、炭酸イオン、塩素イオン及び硝酸イオンの少な
くとも一種のアニオンが好ましく、硫酸イオン及び炭酸イオンの少な
くとも一種のアニオンが更に好ましく、この中でも硫酸イオンは 1100
20 cm^{-1} 付近に赤外線吸収能力を持っているので、部分的にでも保持させ
る方が赤外線吸収能力を向上させる点を考慮しても特に好ましい。

本発明のハイドロタルサイト系化合物を赤外線吸収剤として用いる場
合は、珪素系、磷系及び硼素系の酸素酸イオンの保持量としては多い方
が好ましいが、あまり多すぎると元々のハイドロタルサイト系化合物の

基本層に由来する赤外線吸収能が低下したり、農業用フィルムに配合した場合、光通過性を低下させる結果となる。また少なすぎると赤外線吸収能力が乏しくなり、従って農業用フィルムでの保温性が高くないので、請求項1中の式(1)または(2)における基本層から計算
5 される層間アニオンの理論量(総電価数: X^-)中の20~90%を占めるのが好ましく、30~80%を占めるのが更に好ましい。

前段に好ましい珪素系、燐系または硼素系の酸素酸イオンの保持量を示したが、現実には、燐系または硼素系の酸素酸イオンは色々な形態を持つことが知られており、これらを一部保持したハイドロタルサイト系
10 化合物中の、珪素系、燐系及び硼素系の酸素酸イオンがどのような形態で層間に保持されているのかを判別するのは難しく、したがって酸素酸イオンの電価を限定するのが困難であり、層間のアニオン総電価数に対してどれだけ占められているかを判定することは極めて困難である。このため別な方法で判定する方法を検討した結果、層間にBアニオンとし
15 て存在するA以外のアニオンの電価数の割合で表現することが好ましくことが分かった。この方法で言い換えると、Bアニオンの電価数の合計で層間アニオン総電価数に対して10~80%を占めるのが好ましい。すなわち、 $0.1 \leq ((B)_{z1} \text{の総電価数}) / X \leq 0.8$ が好ましい。また20~70%が更に好ましく、よって、 $0.2 \leq ((B)_{z1} \text{の総電価数}) / X \leq 0.7$ が更に好ましい。
20

また本発明のハイドロタルサイト系化合物は、その粉末を150~250℃の温度で1~20時間熱処理することにより層間水を部分的または全部除去することができる。

本発明の層間のアニオンとしてAアニオンとBアニオンとを保持した

ハイドロタルサイト系化合物と従来のハイドロタルサイト系化合物を区別する方法としては、粉末X線回折（XRD）法や組成分析法、赤外線吸収測定法がある。

5 XRD法では測定によって得られた回折パターンによりハイドロタル
サイト系化合物が生成していることや層間の面間隔を調べることにより、
層間に保持されている珪素系、磷系及び硼素系の多量体酸素酸イオンの
存在を確認できる。例えば、XRD法による炭酸イオンや塩素イオン、
珪素系単量体酸素酸イオン型ハイドロタルサイト系化合物の層間の間隔
10 は、（003）面或いは（002）面で7.4～7.8 Åであり、硫酸
イオンや硝酸イオン、磷系単量体酸素酸イオン型ハイドロタルサイト系
化合物の（003）面或いは（002）面で8.2～8.8 Åとなる。
これらのハイドロタルサイト系化合物に、例えば珪素系、磷系及び硼素
系の多量体酸素酸イオンがイオン交換すると、（003）面或いは（0
02）面の間隔が、ほとんどのものが9 Å以上となる。それにより層間
15 に多量体酸素酸イオンが含まれているかどうかの予測ができる。但し、
珪素系、磷系及び硼素系の多量体酸素酸イオンの保持量が少ない場合や
層間水を熱処理により除去した場合は上記のことが当てはまらないこと
がある。

組成分析法では、例えば基本層の金属カチオンの分析により基本層の
20 モル比及び層間のアニオン総電価数が、またBアニオンの分析よりBア
ニオンの総電価数が求められ、それらの差及び珪素、磷及び硼素の分析
から珪素系、磷系及び硼素系の酸素酸イオンの中に多量体酸素酸イオン
が含まれているかどうかの予測ができる。

赤外線吸収スペクトル測定法では、層間中の珪素系、磷系の多量体酸

素酸イオンの中で $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ や $\text{P}-\text{O}-\text{P}$ の結合が直線状にある場合は、 $1250\sim1280\text{ cm}^{-1}$ 付近に吸収スペクトルを検出することができる。

従ってこれらの分析結果を総合的に判断することにより、本発明のハイドロタルサイト系化合物と従来のハイドロタルサイト系化合物を区別することができる。

本発明のハイドロタルサイト系化合物を樹脂に配合する場合、そのまま配合しても分散性の良い物ではあるが、樹脂との相溶性、加工性等を更に良くする為に、高級脂肪酸類、アニオン系界面活性剤、リン酸エステル、シラン、チタネート及びアルミニウム系カップリング剤および多価アルコールの脂肪酸エステル類からなる群の少なくとも1種の表面処理剤で表面処理することができる。

表面処理剤として好ましく用いられる物として具体的にはステアリン酸、オレイン酸、エルカ酸、パルミチン酸、ラウリン酸等の高級脂肪酸類及びこれら高級脂肪酸のアルカリ金属塩、ステアリルアルコール、オレイルアルコール等の高級アルコールの硫酸エステル塩、ポリエチレングリコールエーテルの硫酸エステル塩、アミド結合硫酸エステル塩、エーテル結合スルホン酸塩、エステル結合スルホネート、アミド結合アルキルアリルスルホン酸塩、エーテル結合アルキルアリルスルホン酸塩等のアニオン系界面活性剤、オルトリン酸とオレイルアルコール、ステアリルアルコール等のモノ又はジエステル又は両者の混合物であって、それらの酸型又はアルカリ金属塩又はアミン塩等のリン酸エステル類、ビニルエトキシシラン、 γ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、ビニルトリシラン(2-メトキシエトキシ)シラン、 γ -アミノプロピ

ルトリメトキシシラン等のシランカップリング剤類、イソプロピルトリ
イソステアロイルチタネート、イソプロピルトリス（ジオクチルパイロ
フォスフェート）チタネート、イソプロピルトリデシルベンゼンスルホ
5 アルミニウムジイソプロピレート等のアルミニウムカップリング剤類など
を挙げることができる。

表面処理の方法としては、湿式法と乾式法がある。湿式法では本発明
のハイドロタルサイト系化合物のスラリーに前記表面処理剤を液状又は
エマルジョン状に加え、攪拌下で約100℃までの温度で十分に混合す
10 る。又乾式法では本発明のハイドロタルサイト系化合物の粉末にヘンシェ
ルミキサーなどの混合機を用いて表面処理剤を液状、エマルジョン状又
は固形状に加え、加熱又は非加熱下で十分混合すれば良い。尚、表面処
理剤の使用量は本発明のハイドロタルサイト系化合物に対して約0.1
～約15重量%が好ましい。

15 本発明のハイドロタルサイト系化合物またはそれらを表面処理したも
のを赤外線吸収剤として用いる場合は、機械的加工性や樹脂中での分散
性などを考慮するとレーザー回折散乱法にて測定した平均二次粒子径が
5μm以下で且つBET比表面積が30m²/g以下のものが好ましい。
また、電子顕微鏡で見たハイドロタルサイト系化合物の平均一次粒子径
20 としては、1μm以下が好ましく、0.5μm以下が更に好ましく、0.
3μm以下が特に好ましい。形状としては、板状（六角板状を含む）が
好ましく、且つアスペクト比（＝板状平面の平均径／厚みの平均径）の
高いものが好ましい。

本発明の農業用フィルムに用いられる熱可塑性樹脂としては、ポリオ

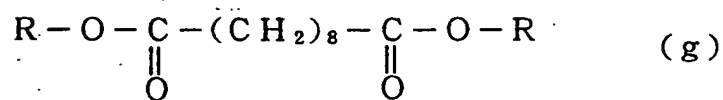
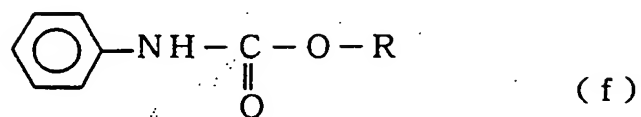
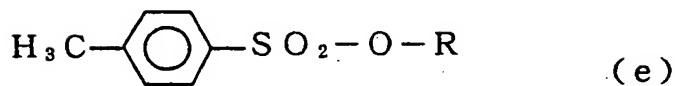
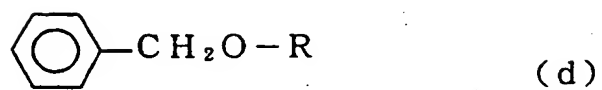
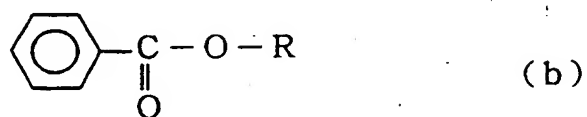
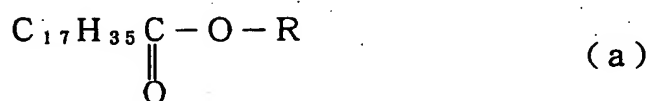
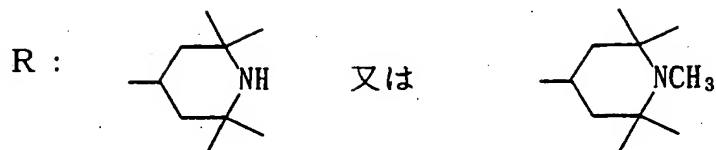
レフィン系樹脂、塩素系樹脂、ポリエステル系樹脂、アクリル系樹脂、フッ素系樹脂などが例示できる。上記ポリオレフィン系樹脂としては、例えば低密度、高密度または直鎖状ポリエチレン及びポリプロピレン等の α -オレフィンの単独重合体、エチレン-プロピレン共重合体、エチレン-ブテン-1共重合体、エチレン-4-メチル-1-ペンテン共重合体、エチレン-ヘキセン共重合体、エチレン-オクテン共重合体等の α -オレフィン共重合体、エチレン-酢酸ビニル共重合体、エチレン-アクリル酸共重合体、エチレン-メチルメタクリレート共重合体、エチレン-酢酸ビニル-メチルメタクリレート共重合体、アイオノマー樹脂など α -オレフィンを主成分とする α -オレフィンと α -オレフィン以外の単量体との共重合体を挙げることができる。これらポリオレフィン系樹脂を合成する場合に用いられる触媒としては、例えばチーグラ-ナッタ系触媒、Cr系触媒、シングルサイト系触媒（メタロセン系触媒）などが挙げられ、合成方法も溶液法、気相法などが、また高圧法、低圧法、常圧法などが挙げられるが、これらを特に限定するものではない。塩素系樹脂としては、例えばポリ塩化ビニル、塩素化ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、塩素化ポリエチレン、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、塩化ビニル-エチレン共重合体、塩化ビニル-スチレン共重合体、塩化ビニル-イソブチレン共重合体、塩化ビニル-ブタジエン共重合体、塩化ビニル-イソプレン共重合体、塩化ビニル-塩素化プロピレン共重合体、塩化ビニル-マレイン酸エステル共重合体、塩化ビニル-メタクリル酸エステル共重合体、塩化ビニル-アクリロニトリル共重合体、塩化ビニル-スチレン-無水マレイン酸共重合体、塩化ビニル-スチレン-アクリロニトリル共重合体、塩化ビニル-塩化ビニリデン-酢酸ビニ

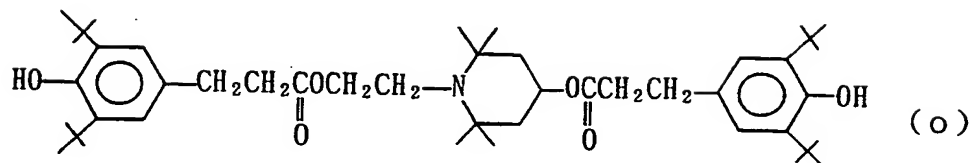
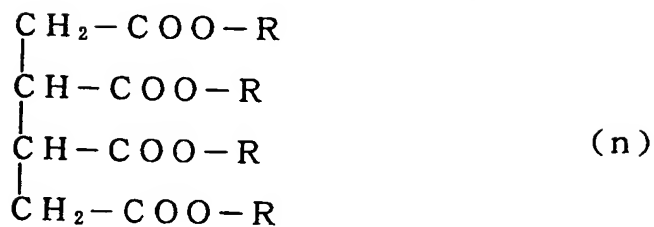
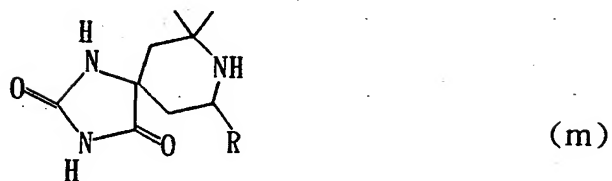
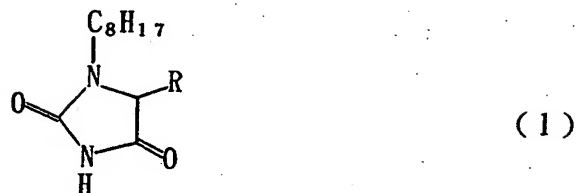
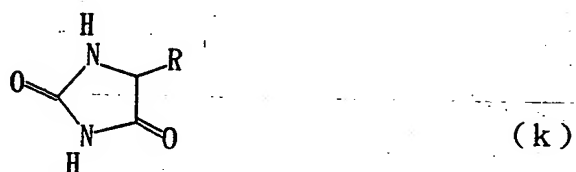
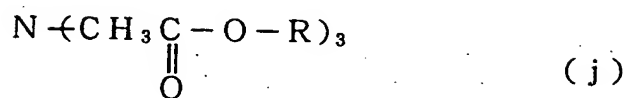
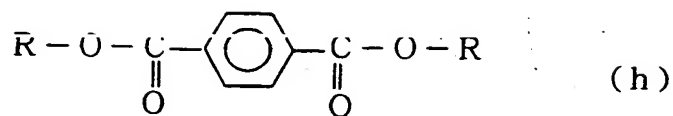
ル共重合体、塩化ビニル-各種ビニルエーテル共重合体等が挙げられる。
ポリエステル樹脂としては、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレ
ンテレフタレート、ポリブチレンナフタレート、ポリエーテルポリエス
テル等が、フッ素系樹脂としては、ポリテトラフルオロエチレン等が挙
5 げられる。これら例示した樹脂を単独でも2種以上を混合して用いても
良い。

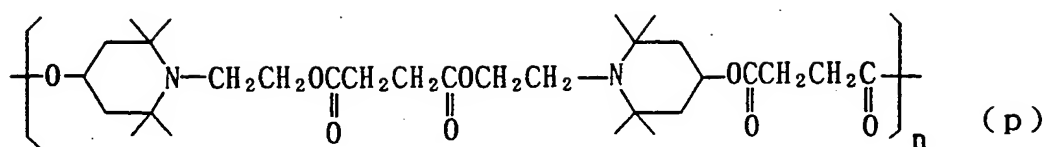
更に本発明の農業用フィルムには、この技術に慣用の種々の添加剤を
配合することができる。このような添加剤の例としては、光安定剤、防
曇剤、防霧剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、可塑剤、帯電防止剤、滑剤、
10 熱安定剤、蛍光剤、アンチブロッキング剤、顔料、染料、抗菌剤、防カ
ビ剤、離型剤、プレートアウト防止剤、加工助剤などが挙げられる。ま
た他の赤外線吸収剤と併用することもできる。これら各種添加剤を併用
することにより、耐候性、防曇性、防霧性、防塵性、流滴性、強靱性、
耐農薬性、耐酸性雨性、耐熱性、退色性、抗菌性、防カビ性、展張り作
15 業性及び各種添加剤による樹脂劣化防止性にも優れた、またこれら特性
の持続性にも優れた農業用フィルムを得ることができる。

光安定剤としては、ヒンダードアミン系化合物、クレゾール類、メラ
ミン類、安息香酸などを挙げる事ができるが、一般的にはヒンダードア
ミン系化合物が良く使われており、好ましくは分子量が250以上で4-
20 位に置換基を有する2,2,6,6-テトラアルキルピペリジン誘導体のもの
で、その4-位に置換基として例えばカルボン酸基、アルコキシ基、ア
ルキルアミノ基等が挙げられる。又N-位にはアルキル基が置換しても
良い。このようなヒンダードアミン系化合物の具体例としては、下記
(a)～(t)式に示すような化合物やチバガイギー社のTINUVIN492,4

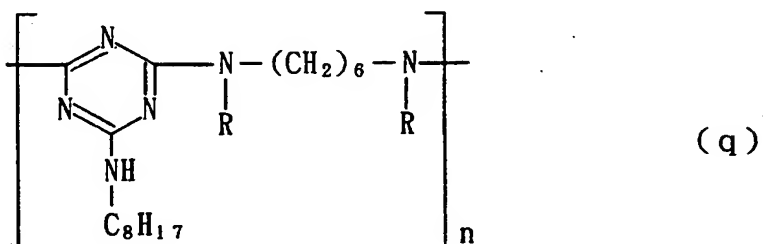
94などのヒンダードアミン系含有安定化剤などが挙げられる。



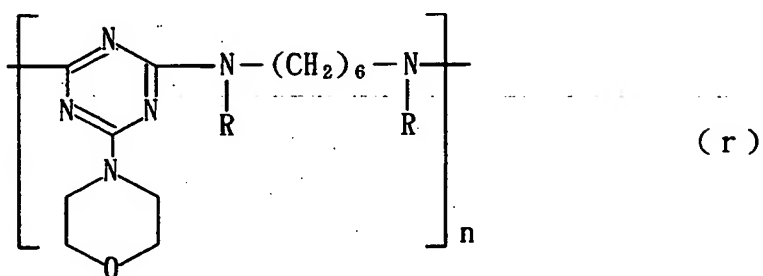




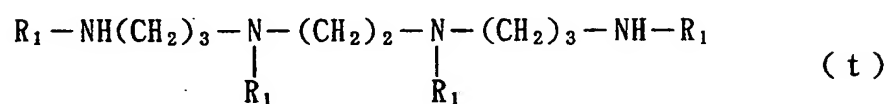
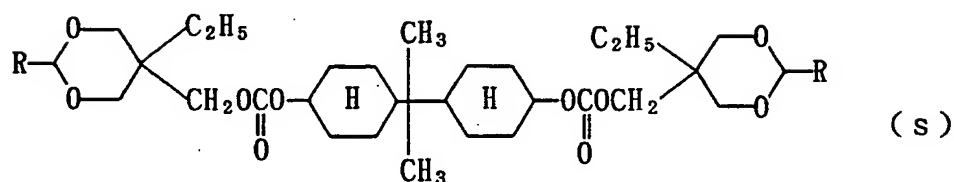
5



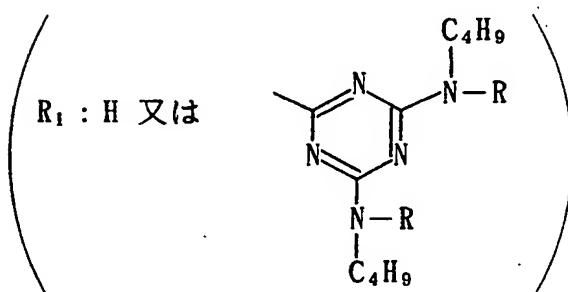
10



15



20



このような光安定剤の添加量としては、熱可塑性樹脂に対して、0.02

～5重量%、好ましくは、0.1～2重量%であり、単独で用いても二種類以上を併用してもかまわない。

- 防曇剤としては、非イオン系、アニオン系、カチオン系の界面活性剤を挙げる事が出来る。例えばポリオキシアルキレンエーテル、多価アルコールのエステルまたは部分エステル、多価アルコールのアルキレンオキサイド付加物のエステルまたは部分エステル、高級アルコール硫酸エステルアルカリ金属塩、アルキルアリアルスルホネート、四級アンモニウム塩、脂肪族アミン誘導体が挙げられ、具体的には、ポリオキシエチレンラウレート、ポリオキシエチレンステアerylエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ポリエチレングライコールモノパルミテート、ポリエチレングライコールモノステアレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノパルミテート、グリセリン、ペンタエリスリトール、ソルビトール、ジグリセリンまたはトリグリセリンなどの多価アルコールとラウリル酸、
- 15 パルミチン酸、ステアリン酸またはオレイン酸などの脂肪族カルボン酸とのエステルまたは部分エステル、ナトリウムラウリルサルフェート、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ブチルナフタレンスルホン酸ナトリウム、セチルトリメチルアンモニウムクロライド、アルキルジメチルベンジルアンモニウムクロライド、ドデシルアミン塩酸塩、ラウリン酸ラウリルアミドエチルリン酸塩、
- 20 トリエチルセチルアンモニウムイオダイド、オレイルアミノジエチルアミン酸塩、ドデシルピリジニウム硫酸塩の塩基性ピリジニウム塩などが挙げられる。

このような防曇剤の添加量としては、熱可塑性樹脂に対して、0.2～5重量%、好ましくは、0.5～3重量%であり、単独で用いても二種類以上

を併用してもかまわない。

防霧剤としては、例えばパーフルオロアルキル基、 ω -ヒドロフルオロアルキル基等を有するフッ素化合物（フッ素系界面活性剤）、またアルキルシロキサン基を有するシリコン系化合物（シリコン系界面活性剤）

5 等が挙げられる。

このような防霧剤の添加量としては、熱可塑性樹脂に対して、0.01～5重量%、好ましくは、0.02～2重量%であり、単独で用いても二種類以上を併用してもかまわない。

酸化防止剤としてはフェノール系、リン系、イオウ系、ヒドロキシア
10 ミン系等が挙げられ、また光安定剤のところで示したピペリジン系なども使用できる。フェノール系酸化防止剤の具体例としては、2,6-ジター
シャルブチル-p-クレゾール、ステアリル-(3,5-ジメチル-4-
ヒドロキシベンジル)チオグリコレート、ステアリル- β -(4-ヒド
ロキシ-3,5-ジターシャルブチルフェニル)プロピオネート、ジステ
15 アリル-3,5-ジターシャルブチル-4-ヒドロキシベンジルホスホネー
ト、2,4,6-トリス(3',5'-ジターシャルブチル-4'-ヒドロキシ
ベンジルチオ)-1,3,5-トリアジン、ジステアリル(4-ヒドロキシ-
3-メチル-5-ターシャルブチル)ベンジルマロネート、2,2'-メチ
レンビス(4-メチル-6-ターシャルブチルフェノール)、4,4'-メ
20 チレンビス(2,6-ジターシャルブチルフェノール)、2,2'-メチレン
ビス[6-(1-メチルシクロヘキシル)p-クレゾール]、ビス[3,5-
-ビス(4-ヒドロキシ-3-ターシャルブチルフェニル)ブチリックア
シッド]グリコールエステル、4,4'-ブチリデンビス(6-ターシャル
ブチル-m-クレゾール)、2,2'-エチリデンビス(4,6-ジターシャ

- ルブチルフェノール)、1,1,3-トリス(2-メチル-4-ヒドロキシ-5-
 ターシャルブチルフェニル)ブタン、ビス[2-ターシャルブチル-4-
 -メチル-6-(2-ヒドロキシ-3-ターシャルブチル-5-メチルベン
 ジル)フェニル]テレフタレート、1,3,5-トリス(2,6-ジメチル-3-
 5 -ヒドロキシ-4-ターシャルブチル)ベンジルイソシアヌレート、1,3,
 5-トリス(3,5-ジターシャルブチル-4-ヒドロキシベンジル)-2,4,
 6-トリメチルベンゼン、2,6-ジフェニル-4-オクタデシロキシフェ
 ノール、テトラキス[メチレン-3-(3,5-ジターシャルブチル-4-
 ヒドロキシフェニル)プロピオネート]メタン、1,3,5-トリス(3,5-
 10 ジターシャルブチル-4-ヒドロキシベンジル)イソシアヌレート、1,3,
 5-トリス[(3,5-ジターシャルブチル-4-ヒドロキシフェニル)プ
 ロピオニルオキシエチル]イソシアヌレート、2-オクチル-4,6-ジ(4-
 -ヒドロキシ-3,5-ジターシャルブチル)フェノキシ-1,3,5-トリア
 ジン、4,4'-チオビス(6-ターシャルブチル-m-クレゾール)等の
 15 フェノール類及び4,4'-ブチリデンビス(2-ターシャルブチル-5-
 メチルフェノール)の炭酸オリゴエステル(例えば重合度2,3,4,5,6,7,
 8,9,10など)等の多価フェノール炭酸オリゴエステル類が挙げられる。

- リン系酸化防止剤としては、具体的にはトリフェニルホスファイト、
 トリス(ノニルフェニル)ホスファイト、トリス(p-ノニルフェニル)
 20 ホスファイト、トリス(p-フェニルフェニル)ホスファイト、トリス
 (o-ジシクロヘキシルフェニル)ホスファイト、トリ(モノノニル/
 ジノニル・フェニル)ホスファイト、フェニル-p-ノニルフェニルホ
 スファイト、トリス(2,4-ジターシャルブチルフェニル)ホスファイ
 ト、トリス[2-ターシャルブチル-4-(3-ターシャルブチル-4-ヒ

- ドロキシ-5-メチルフェニルチオ) 5-メチルフェニル] ホスファイト等のトリアリールホスファイト、モノオクチルジフェニルホスファイト、ジオクチルモノフェニルホスファイト、ジデシルモノフェニルホスファイト、モノデシルフェニルフェニルホスファイト等のアルキルアリール
- 5 ホスファイト、トリブチルホスファイト、トリオクチルホスファイト、トリデシルホスファイト、トリラウリルホスファイト、トリオレイルホスファイト等のトリアルキルホスファイト、ジ(トリデシル) ペンタエリスリトールジホスファイト、ジステアリルペンタエリスリトールジホスファイト、ジ(ノニルフェニル) ペンタエリスリトールジホスファイト、
- 10 ト、ビス(2,4-ジターシャルブチルフェニル) ペンタエリスリトールジホスファイト、ビス(2,6-ジターシャルブチル-4-メチルフェニル) ペンタエリスリトールジホスファイト、テトラ(トリデシル) イソプロピリデンジフェノールジホスファイト、ヘキサ(トリデシル) -1,1,3-トリス(2-メチル-4-ヒドロキシ-5-ターシャルブチルフェニル)
- 15 ブタントリホスファイト、テトラキス(2,4-ジターシャルブチルフェニル) ビフェニレンジホスホナイト、2,2'-メチレンビス(4,6-ジターシャルブチルフェニル) (オクチル) ホスファイトなどの有機リン酸系やアルキル基、アリール基、アルキルアリール基またはエーテル結合を有した有機とリン酸金属塩との化合物である有機リン酸金属塩系化合物
- 20 物などを挙げることができる。

イオウ系酸化防止剤としては、ジラウリルー、ジステアリルーなどのジアルキルチオジプロピオネート及びブチルー、オクチルー、ラウリルー、ステアリルーなどのアルキルチオプロピオン酸の多価アルコール(例えばグリセリン、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、ペ

ンタエリスリトール、トリスヒドロキシエチルイソシアヌレート)のエステル等が挙げられ、具体的にはジラウリルチオジプロピオネート、ジステアリルチオジプロピオネート、ペンタエリスリトールテトララウリルチオジプロピオネート等が挙げられる。

- 5 このような酸化防止剤の添加量としては、熱可塑性樹脂に対して、0.01~5重量%、好ましくは、0.02~3重量%であり、単独で用いても二種類以上を併用してもかまわない。

紫外線吸収剤としてはベンゾトリアゾール系、ベンゾフェノン系、サリチル酸エステル系等が挙げられ、ベンゾトリアゾール系としては、具

10 体的には2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-5'-ターシャルブチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-3',5'-ジメチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-メチル-4'-ヒドロキシフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-3'-メチル-5'-ターシャルブチルフェニル)ベンゾトリアゾール、(2'-ヒドロキシ-3',5'-ジターシャルアルミフェニル)ベンゾトリアゾール、(2'-ヒドロキシ-3',5'-ジターシャルブチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-3',5'-ジメチルフェニル)-5-メトキシベンゾトリアゾール、2-(2'-n-オクタデシルオキシ-

15 3',5'-ジメチルフェニル)-5-メチルベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-5'-メトキシフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-4'-オクトキシフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-5'-メトキシフェニル)-5-メチルベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-5'-メトキシフェニル)-5,6-

- ジクロロベンゾトリアゾール、2- (2' -ヒドロキシ-5' -ターシャ
 ルブチルフェニル) -5-クロロベンゾトリアゾール、2- (2' -ヒド
 ロキシ-3' , 5' -ジターシャルブチルフェニル) -5-クロロベンゾト
 リアゾール、2- (2' -ヒドロキシ-5' -フェニルフェニル) -5-ク
 5 ロロベンゾトリアゾール、2- (2' -ヒドロキシ-5' -ジクロロヘキ
 シルフェニル) ベンゾトリアゾール、2- (2' -ヒドロキシ-4' , 5'
 -ジクロロフェニル) ベンゾトリアゾール、2- (2' -ヒドロキシ-
 3' , 5' -ジターシャルブチルフェニル) -5-クロロベンゾトリアゾー
 ル、2- (2' -ヒドロキシ-3' -ターシャルブチル-5' -メチルフェ
 10 ニル) -5-クロロベンゾトリアゾール、2- (2' -ヒドロキシ-3' -
 メチルフェニル) -5-ブトキシカルボニルベンゾトリアゾール、2-
 (2' -ヒドロキシ-4' , 5' -ジメチルフェニル) -5-ブトキシカル
 ボニルベンゾトリアゾール、2- (2' -ヒドロキシ) -5-エトキシカ
 ルボニルベンゾトリアゾール、2- (2' -アセトキシ-5' -メチルフェ
 15 ニル) ベンゾトリアゾール、2- (2' -ヒドロキシ-5' -メチルフェ
 ニル) -5-エチルスルホンベンゾトリアゾール、2- (2' -ヒドロキ
 シ-3' , 5' -ジメチルフェニル) -5-エチルスルホンベンゾトリアゾ
 ール、2- (2' -ヒドロキシ-5' -フェニルフェニル) ベンゾトリア
 ザール、2- (2' -ヒドロキシ-5' -アミノフェニル) ベンゾトリア
 20 ザールが挙げられる。

ベンゾフェノン系としては、具体的には2-ヒドロキシ-4-メトキシ
 ベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-n-オクチルオキシベンゾフェノ
 ン、2-ヒドロキシ-4-オクトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4
 -n-ドデシルオキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-n-オクタ

デシルオキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-ベンジルオキシベン
ゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシ-2'-カルボキシベンゾフェ
ノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシ-5-スルホベンゾフェノン、2-
ヒドロキシ-5-クロロベンゾフェノン、2,4-ジヒドロキシベンゾフェ
5 ノン、2,2'-ジヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2,2'-
ジヒドロキシ-4,4'-ジメトキシベンゾフェノン、2,2'-ジヒドロ
キシ-4,4'-ジメトキシ-5-スルホベンゾフェノン、2,2',4,4'-
テトラヒドロキシベンゾフェノン等が挙げられる。

サリチル酸エステル系としては、具体的にはフェニルサリシレート、
10 p-ターシャルブチルフェニルサリシレート、p-メチルフェニルサリ
シレート、p-オクチルフェニルサリシレートなどが挙げられる。

またこの他にもトリアジン系の2-(4,6-ジフェニル-1,3,5-トリ
アジン-2-イル)-5-[(ヘキシル)オキシ]-フェノールや蔞酸ア
ニリド系の2-エトキシ-2'-エチル-オキサリック酸ビスアニリドな
15 ども挙げられる。

このような紫外線吸収剤の添加量としては、熱可塑性樹脂に対して、
0.01~3重量%、好ましくは、0.05~2重量%であり、単独で用いても二
種類以上を併用してもかまわない。

可塑剤としては、ポリ塩化ビニルやオレフィン-ビニルアルコール系
20 共重合体等の可塑化に常用されているものが使用できる。例えば、低分
子量の多価アルコール、フタル酸エステル系、リン酸エステル系、脂肪
族-塩基酸エステル系、エポキシ化合物、パラフィン系等が挙げられる。

低分子量の多価アルコールとしては、具体的にはグリセリン、エチレ
ングリコール、トリエチレングリコール、ソルビトール等が挙げられる。

フタル酸エステル系としては、具体的にはフタル酸ジメチル、フタル酸ジブチル、フタル酸ジオクチル、フタル酸ジイソデシル、フタル酸ヘブチル、フタル酸ジ-2-エチルヘキシル、フタル酸ブチルベンジル、フタル酸ブチラウリル、フタル酸メチルオレイル等が挙げられる。

- 5 リン酸エステル系としては、具体的にはトリクレジルホスフェート、トリキシレニルホスフェート、ジキシレニルモノクレジルホスフェート、モノキシレニルクレジルホスフェート、リン酸トリブチル、トリフェニルホスフェート、リン酸トリ-2-エチルヘキシル等が挙げられる。

- 10 脂肪族-塩基酸エステル系としては、具体的にはオレイン酸ブチル、グリセリンモノオレイン酸エステル、ブチルステアレート、ジイソデシルアジペート、アジピン酸ジブチル、アジピン酸ジオクチル、アジピン酸イソデシル、アゼライン酸ジオクチル、アジピン酸ジ-2-エチルヘキシル、アセチルリシノール酸メチル等が挙げられる。

- 15 エポキシ化合物としては、具体的には熱安定剤のエポキシ系のところで後述する物と同様なものが挙げられる。

パラフィン系としては、具体的には塩素化パラフィン、ブチル塩素化パラフィン、流動性パラフィン等が挙げられる。

- 20 このような可塑剤の添加量としては、熱可塑性樹脂に対して、1~70重量%、好ましくは、2~60重量%であり、単独で用いても二種類以上を併用してもかまわない。

帯電防止剤としてはノニオン系又はカチオン系界面活性剤等が挙げられ、具体的にはポリエチレンオキシド、カーボワックス、ペンタエリスリットモノステアレート、ソルビタンモノパルミネート、ポリオキシエチレン・アルキルアミン、ポリグリコール・エーテル、p-スチレンス

ルホン酸ナトリウムなどが挙げられる。

このような帯電防止剤の添加量としては、熱可塑性樹脂に対して、0.01～5重量%、好ましくは、0.02～3重量%であり、単独で用いても二種類以上を併用してもかまわない。

- 5 滑剤としては、脂肪酸系、脂肪酸アミド系、エステル系、ワックス、パラフィンなどが挙げられ、具体的にはステアリン酸、パルミチン酸、ミリスチン酸、ステアリン酸アミド、パルミチン酸アミド、エルカ酸アミド、メチレンビスステアロアミド、エチレンビスステアロアミド、ブチルステアレート、ブチルパルミテート、ポリエチレンワックス、流動
10 動パラフィンなどが挙げられる。

このような滑剤の添加量としては、熱可塑性樹脂に対して、0.01～5重量%、好ましくは、0.05～3重量%であり、単独で用いても二種類以上を併用してもかまわない。

- 熱安定剤としては無機系、有機酸金属塩系、有機酸複合金属塩系、有機
15 機錫系、エポキシ化合物系、ポリオール系、イオウ系、有機アンチモン系、ホスファイト系、 β -ジケトン系、含チッソ系等が挙げられる。

- 無機系熱安定剤としては、具体的にはLi, Na, K, Mg, Ca, Sr, Ba, Pb, Zn, Cd, Zr, Al, Sn, Sb, Bi等の金属
20 酸化物、水酸化物、炭酸塩、硫酸塩、リン酸塩、亜リン酸塩、ケイ酸塩、更にこれら金属と過塩素酸、過沃素酸、塩素酸、臭素酸、沃素酸、亜塩素酸、次亜塩素酸、亜臭素酸などのハロゲン酸素酸との塩などが挙げられる。

有機酸金属塩系熱安定剤としては、上記金属と下記有機酸との酸性塩、中性塩、塩基性塩が挙げられ、具体的には有機酸としては、2-エチル

ヘキソイン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ヒドロキシステアリン酸、リノール酸、ベヘン酸、イソステアリン酸、オレイン酸、リシノール酸、カプロン酸、ヘプタン酸、*n*-もしくは *i*s o-オクチル酸、ペラルゴン酸、カプリン酸、イソデカン酸、ウンデシル酸、ネオトリデカン酸、アセト酢酸、酢酸等の脂肪族カルボン酸、マレイン酸、チオジプロピオン酸、ジチオプロピオン酸等の二塩基酸、この二塩基酸と置換もしくは非置換の脂肪族、脂環族又は芳香族アルコールとの二塩基酸部分エステル化物、安息香酸、メチル安息香酸、ブチル安息香酸、パラ-*t*-ブチル安息香酸、フェニル酢酸、サリチル酸、フマル酸、ナフトエ酸、アビエチン酸、フェニルステアリン酸、ヒドリンカルボン酸、桂皮酸、ロジン酸、ナフテン酸等の環状有機酸等が挙げられる。

有機複合金属塩系熱安定剤としては、具体的には上記有機酸の Ca / Zn 系、Ba / Cd 系、Ba / Zn 系、Ba / Cd / Zn 系が挙げられる。

有機錫系熱安定剤としては、具体的にはモノ（またはジ）メチルもしくはブチルもしくはオクチル錫トリ（またはジ）ラウレート、モノ（またはジ）メチルもしくはブチルもしくはオクチル錫マレエートポリマー、モノ（またはジ）メチルもしくはブチルもしくはオクチル錫トリス（またはビス）イソオクチルマレエート、モノ（またはジ）メチルもしくはブチルもしくはオクチル錫チオグリコレート、モノ（またはジ）メチルもしくはブチルもしくはオクチル錫-2-メルカプトプロピオネート、モノ（またはジ）メチルもしくはブチルもしくはオクチル錫トリ（またはジ）ドデシルメルカプタイト、モノ（またはジ）メチルもしくはブチ

ルもしくはオクチル錫サルファイド、モノ（またはジ）メチルもしくはブチルもしくはオクチル錫チオグリコレート、モノ（またはジ）メチルもしくはブチルもしくはオクチル錫トリス（またはビス）2-メルカプトエチルオレエート、チオビス（モノメチル錫ビス-2-メルカプトエチルオレエート）、チオビス（ジメチルもしくはブチルもしくはオクチル錫モノ-2-メルカプトエチルオレエート）等が挙げられる。

エポキシ化合物系熱安定剤としては、具体的にはエポキシ化大豆油、そのジアセトモノグリセリド、エポキシ化アマニ油、エポキシ化アマニ油脂肪酸ブチル、エポキシ化1,2-ポリブタジエン、ビスフェノール-A-ジグリシジルエーテル、3,4-エポキシシクロヘキシルメチル、3,4-エポキシシクロヘキサンカルボキシレート、エポキシ化牛脂油、エポキシ化綿実油、エポキシ化サンフラワー油、エポキシ化トール油、エポキシ化魚油、エポキシ化アセトモノオレフィン、エポキシ化ステアリン酸-メチル、-ブチル、-イソオクチル、-2-エチルヘキシル、-イソデシル、-シクロヘキシル、-ジヒドロノニル、-メトキシエチル、-アセトキシエチル、-ベンゾイル、-テトラヒドロフリル、-フェニル、-p-ターシャルブチルフェニル、エポキシトール油脂肪酸-ブチル、-n-オクチル、-イソオクチル、-2-エチルヘキシル、エポキシトリアセトモノリシノール酸グリセリド、3,4-エポキシシクロヘキシルメタノールの9,10-エポキシステアリン酸エステル、3,4-エポキシシクロヘキシルメタノールの9,10,12,13-ジエポキシステアリン酸エステル、3,4-エポキシシクロヘキシルカルボン酸の2-エチル-1,3-ヘキサンジオールエステル、エポキシヘキサヒドロフタル酸のジアルキル（たとえば、ジ-n・ブチル、ジ-n・ヘキシル、ジ-2-エ

チルヘキシル、ジイソオクチル、ジー・n・デシル、ジイソデシル、ジー・n・ブチルデシルなど) エステル、3,4-エポキシ-6-メチルシクロヘキシンカルボキシレート、ビス(3,4-エポキシ-6-メチルシクロヘキシルメチル) アジペート、エピハヒドリンとビスフェノールAの縮合物
5 などが挙げられる。

ポリオール系熱安定剤としては、具体的にはペンタエリスリトール、マンニトール、キシリトール、ソルビトール、グリセリン、トリメチロールプロパン、ポリエチレングリコール、ポリビニルアルコール、1,3-ブタンジオール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、
10 エチレングリコール、ジエチレングリコール、ネオペンチルグリコール、トリエチロールメタン、ジグリセリン、ジトリメチロールプロパン、ジトリメチロールエタン、ジー、トリー、テトラ-ペンタエリスリトール、トリス(ヒドロキシエチル) イソシアヌレート等が、またこれらポリオールと脂肪族カルボン酸、芳香族カルボン酸、アミノ酸、オキシ酸など
15 の有機酸との部分エステル等が挙げられる。前記部分エステルを形成する有機酸としては、具体的にはオクチル酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、イソステアリン酸、ヒドロキシステアリン酸、オレイン酸、リシノール酸等の1価脂肪族カルボン酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スペリン酸、アゼラ
20 イン酸、セバチン酸、フタル酸、マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、チオジプロピオン酸、ジチオプロピオン酸などの2価脂肪族カルボン酸、安息香酸、メチル安息香酸、サリチル酸、等の芳香族カルボン酸、グリシン、アラニン、ロイシン、フェニルアラニン、メチオニン、アスパラギン酸、グルタミン酸、リジン等のアミノ酸、乳酸、クエン酸、酒石酸、

リンゴ酸等のオキシ酸を挙げられる。

イオウ系熱安定剤としては、具体的にはジラウリルチオジプロピオネート、ジステアリルチオジプロピオネート、ラウリルステアリルチオジプロピオネートなどのチオジプロピオン酸エステル、6-エニリノー-1,3,5-トリアジン-2,4-ジチオール等のトリアジンチオール、チオールラウリン酸無水物等のチオールカルボン酸無水物などが挙げられる。

有機アンチモン系熱安定剤としては、具体的にはモノ（またはジ）メチルもしくはブチルもしくはオクチルアンチモントリ（またはジ）ラウレート等のモノ（またはジ）アルキルアンチモンラウレート系、モノ（またはジ）メチルもしくはブチルもしくはオクチルアンチモンマレエートポリマー、モノ（またはジ）メチルもしくはブチルもしくはオクチルアンチモントリス（またはビス）イソオクチルマレエート等のモノ（またはジ）アルキルアンチモンマレエート系、モノ（またはジ）メチルもしくはブチルもしくはオクチルアンチモントリス（またはビス）イソオクチルチオグリコレート、モノ（またはジ）メチルもしくはブチルもしくはオクチルアンチモントリス（またはビス）チオグリコレート（または2-メルカプトプロピオネート）、モノ（またはジ）メチルもしくはブチルもしくはオクチルアンチモントリ（またはジ）ドデシルメルカプタイト、モノ（またはジ）メチルアンチモンサルファイド、ジオクチルアンチモンサルファイド、ジドデシルアンチモンサルファイド、モノ（またはジ）メチルもしくはブチルもしくはオクチルアンチモントリス（またはビス）2-メルカプトエチルオレエート、チオビス〔モノメチルアンチモンビス（2-メルカプトエチルオレエート）〕、チオビス〔ジメチルもしくはブチルもしくはオクチルアンチモンビス（2-メルカプト

エチルオレエート)] 等のモノ (またはジ) アルキルアンチモンメルカプタイド系等が挙げられる。

ホスファイト系熱安定剤としては、酸化防止剤のリン系と同様なものが挙げられる。

- 5 β -ジケトン系熱安定剤としては、具体的にはアセト酢酸エチル、デヒドロ酢酸、アセチルアセトン、ベンゾイルアセトン、ベンゾイルプロピオニルメタン、ジベンゾイルメタン、ステアロイルベンゾイルメタン、トリフルオロアセチルアセトン、デヒドロプロピオニル酢酸、デヒドロベンゾイル酢酸、シクロヘキサン-1,3-ジオン、ジメトン、2,2-メチ
- 10 レンシクロヘキサン-1,3-ジオン、2-ベンジルシクロヘキサン-1,3-ジオン、アセチルテトラロン、パルミテルテトラロン、ステアロイルテトラロン、ベンゾイルテトラロン、2-アセチルシクロヘキサノン、2-ベンゾイルシクロヘキサノン、2-アセチル-シクロヘキサン-1,3-ジオン、ベンゾイル-p-クロルベンゾイルメタン、ビス(4-メチ
- 15 ルベンゾイル)メタン、ビス(2-ヒドロキシベンゾイル)メタン、ベンゾイルアセチルメタン、トリベンゾイルメタン、ジアセチルベンゾイルメタン、パルミトイルベンゾイルメタン、ラウロイルベンゾイルメタン、4-メトキシベンゾイルベンゾイルメタン、ビス(4-メトキシベン
- 20 ゾイル)メタン、ビス(4-クロルベンゾイル)メタン、ビス(3,4-メチレンジオキシベンゾイル)メタン、ベンゾイルアセチルオクチルメタン、ベンゾイルアセチルフェニルメタン、ステアロイル-4-メトキシベンゾイルメタン、ビス(4-ターシャールブチルベンゾイル)メタン、ベンゾイルアセチルエチルメタン、ベンゾイルトリフルオロアセチルメタン、ジアセチルメタン、ブタノイルアセチルメタン、ヘプタノイルア

- セチルメタン、トリアセチルメタン、ジステアロイルメタン、ステアロイルアセチルメタン、パルミトイルアセチルメタン、ラウロイルアセチルメタン、ベンゾイルホルミルメタン、アセチルホルミルメタン、ベンゾイルフェニルアセチルメタン、ビス（シクロヘキサノイル）メタン、
- 5 ジピバロイルメタン等及びこれら化合物のLi, Na, Mg, Ca, Ba, Sr, Zn, Al, Zr, Snなどの金属との金属塩等が挙げられる。

- 含チッソ系熱安定剤としては、具体的にはジフェニルチオ尿素、ステアリルアルコール、セチルアルコール、1,3-ブタンジオール、チオジエチレングリコール、などのアルコール類のβ-アミノクロトン酸エステル、2-フェニルインドール、ジヒドロ-1,4-ジメチル-2,6-ジカルボジデシルオキシ-3,5-ピリジン等が挙げられる。
- 10

このような熱安定剤の添加量としては、熱可塑性樹脂に対して、0.001~10重量%、好ましくは、0.005~5重量%であり、単独で用いても二種類以上を併用してもかまわない。

- 15 蛍光剤としては、ピオラントロン系、イソピオラントロン系、ペリレン系、チオキサンテン系、クマリン系、アントランキノン系、ベンゾピラン系、ナフタルイミド系またはナフタル酸系、ベンゾピテリジン系、ピラジン系、シアノピラジン系、スチルベン系、ジアミノジフェニル系、イミダゾール系、イミダゾロン系、トリアゾール系、チアゾール系、オキサゾール系、カルボスチリル系、ピラゾリン系、ジヒドロピリジン系
- 20
- などが挙げられる。

このような蛍光剤の添加量としては、熱可塑性樹脂に対して、0.001~10重量%、好ましくは、0.01~5重量%であり、単独で用いても二種類以上を併用してもかまわない。

最後に他の赤外線吸収剤としてはシリカやケイ酸塩、リチウム、カルシウム、マグネシウム、アルミニウムの水酸化物もしくは酸化物、アルミン酸塩、硼酸塩又は硫酸塩、従来のハイドロタルサイト系化合物等を挙げることができ、それらを一種或いは二種以上併用してもかまわない。

- 5 但し、本発明のAアニオンとBアニオンとを保持したハイドロタルサイト系化合物は、優れた赤外線吸収能力と農業用フィルムの含有させた場合、優れた光通過性を付与できるものである為、単独で使用する方が好ましい。

- 10 赤外線吸収剤の添加量としては、例えば農業用フィルムの用いられる熱可塑性樹脂対して、本発明品を単独又は他の赤外線吸収剤との合計で1～30重量%を挙げることができる。赤外線吸収剤は、1重量%未満では赤外線吸収剤としての効果を充分発揮することができず、また30重量%を超えると農業用フィルムの紫外及び可視光通過性や機械的強度が低下するために適さなくなる。

- 15 また本発明のハイドロタルサイト系化合物を赤外線吸収剤として農業用フィルムに用いられる熱可塑性樹脂に含有させる時やフィルムに成形する時、発泡やフィッシュアイ等の問題がある場合には必要に応じて層間水除去品を用いることができる。

- 20 練り込み方は常法に従って行うことができ、例えばヘンシェルミキサー、スーパーミキサー、リボンブレンダーなどにより樹脂と赤外線吸収剤及び他の添加剤を混合し、次にバンバリーミキサー、混練押し出し機、加圧ニーダーなどにより熔融混練することができる。次にフィルムを成形するために、例えばインフレーション成形法、押し出しTダイフィルム成形法等の常法の成形法で行うことができる。

また、本発明に用いられる農業用フィルムは単層だけではなく、多層フィルムでも使用できる。多層フィルムの構成としては、一種二層、一種三層、二種二層、二種三層、三種三層、三種四層、三種五層、四種四層、四種五層、五種五層などが挙げられ、各層の熱可塑性樹脂の種類またはブレンドした熱可塑性樹脂は異なっても良い。熱可塑性樹脂の中でも保温性の点から、好ましくは波長 $2.5 \mu\text{m} \sim 25 \mu\text{m}$ に良好な吸収のある樹脂を少なくとも一種を選択することが望ましい。また各層における添加剤は、各層の役割に応じて適宜選択でき、配合を組むことができる。この他、フィルムの防曇性を長時間持続させる方法として、

10 上述してフィルム中に配合させる方法以外に農業用ハウス等に展張りする農業用フィルムの少なくとも内面に防曇性皮膜を形成させることもできる。

以下、本発明の実施例を比較例と共に説明するが、本発明は、これに限定されるものではない。

15 実施例や比較例において作成したハイドロタルサイト系化合物については、まずXRD法によるハイドロタルサイト系化合物の同定を行った。次に組成分析法による金属カチオンの分析値から基本層のモル比 (X 、 y_1 、 y_2) を、更にBアニオンの分析値から、Bアニオンの基本層に対するモル比 (Z_2) を計算した。また基本層によって決まるアニオン総電価数 (X) に占めるBアニオンの総電価数の割合を $\{(B)_{Z_2} \text{の総電価} / X = \}$ の式に代入して計算した。Aアニオンである珪素系、磷系または硼素系の酸素酸イオンは、それらをイオン交換する時に用いた原料、組成分析によるSiやP、Bの分析値やXRD法による(002)または(003)面の面間隔、赤外線吸収スペクトルの測定結果などを考慮

20

- し、層間の珪素系、磷系または硼素系の酸素酸イオン中に多量体酸素酸イオンが含まれているかどうかを予測した。珪素系、磷系または硼素系の酸素酸イオンはどのような形態で層間に保持されているのかを判断することが難しく、またこれら酸素酸イオンの中には、H基やOH基が単数
- 5 又は複数含まれるものや多量体で重合度の違うものも含まれ、これらの電価を特定することも困難であるので、実施例中では、珪素系、磷系または硼素系の酸素酸イオンの組成式を示す為に、便宜上（多量体 $\text{Si}_m\text{O}_{2m+1}$ ）、（多量体 $\text{P}_m\text{O}_{(5m/2)+1}$ ）、（多量体 $\text{B}_m\text{O}_{(3m/2)+1}$ ）と表すこととし、すべて2-の電価として組成式の計算に引用した。またSi
- 10 やP、BのAlに対するモル比は、各々の組成分析値から $\{ (\text{Si} + \text{P} + \text{B} \text{のモル数}) / (\text{Al}_2\text{O}_3 \text{としてのモル数}) = \}$ の式に代入して計算した。このほか、比表面積は窒素ガスの吸着量よりBET法にて求めた数値、平均二次粒子径は粉末を有機溶媒に加えて超音波分散した後に、レーザー回折散乱法により測定した数値を示した。
- 15 また、実施例及び比較例の赤外線吸収剤を含有したフィルムについては、赤外線吸収剤のフィルム中での分散性及びフィルムの保温指数、全光線透過率およびヘイズ値（曇り度）を測定した。尚、赤外線吸収剤のフィルム中での分散性（白ブツの発生）は目視により判定した。保温指数は赤外線吸収スペクトル測定装置を用いて各波長における赤外線吸収
- 20 率を測定し、後に記載した方法で保温指数を算出した。また光通過性をヘイズメーターにより測定し、全光線透過率およびヘイズ値（曇り度）として表した。

保温指数の求め方は、各波長における黒体放射エネルギー（ $E_\lambda \cdot d\lambda$ ）を下記式（3）により求め、 $400\text{ cm}^{-1} \sim 2000\text{ cm}^{-1}$ までの黒体

放射エネルギーを積分する ($\Sigma (E\lambda \cdot d\lambda)$) 事により全黒体放射エネルギー密度とした。次にフィルム (赤外線吸収剤を含む) における赤外線吸収率を赤外線吸収スペクトル測定装置により各波長の赤外線吸収率を測定し、各波長における黒体放射エネルギー ($E\lambda \cdot d\lambda$) に各波長の赤外線吸収率をかけてそれらを積分する事により、そのフィルムの全吸収エネルギー密度とした。そして全黒体放射エネルギー密度とフィルムの全吸収エネルギー密度との比 (下記式 (6)) を保温指数とした。

$$E\lambda \cdot d\lambda = 2\pi h C^2 / [\lambda^5 \{e^{(hC/\lambda kT)} - 1\}] \cdot d\lambda \quad \dots\dots (3)$$

10

λ : 波長、 h : プランクの常数、 C : 真空中の光速度、
 k : ボルツマン常数、 T : 絶対温度

$$\text{保温指数} = (\text{全吸収エネルギー密度} / \text{全黒体放射エネルギー密度}) \times 100 \quad \dots\dots (6)$$

15

上記の計算式より計算された保温指数は、数値の大きい方が赤外線吸収能力が高いことを意味し、すなわち保温性が高いことを意味する。また、ヘイズメーターによる全光線透過率は、数値が100に近いほどフィルムにおける可視光透過性が良く、ヘイズ値 (曇り度) は、数値が小さいほど曇りが少ないことを意味する。

20

実施例 1

1. 5 mol/l の $MgCl_2$ 溶液 : 2 リットルと 1. 0 mol/l の $Al_2(SO_4)_3$ 溶液 : 0. 667 リットルの混液をステンレス容器に入れ攪拌しながら、3. 0 mol/l の $NaOH$ 溶液 : 2. 889 リットルを注加し、3

0分間維持した。次にその反応スラリーをオートクレーブに移し、170℃、6時間の水熱処理をした。次に冷却後、濾過、水洗を行なった後、脱水物を5リットルのイオン交換水を入れたステンレス容器に投入し、攪拌して再度スラリー化し90℃に加温後、攪拌しながらSiO₂換算で1.0 mol/1の珪酸ソーダ溶液（3号水ガラス）：1.300リットルを加えて2時間攪拌した。最後に濾過、水洗を行い、95℃、一昼夜乾燥後、粉碎して試料を得た。

分析の結果、 $Mg_{0.692}Al_{0.308}(OH)_2$ （多量体 $Si_{4.84}O_{10.68}$ ）_{0.062}（SO₄）_{0.062}（CO₃）_{0.030}・0.69H₂Oであった。Bアニオンの総電価（X）に占める割合は0.60、SiのAl₂O₃に対するモル比は1.95であった。またBETは23 m²/g、平均二次粒子径は0.69 μmであった。

実施例 2

実施例1と同様な方法で珪酸ソーダ処理後、濾過、水洗を行い、その脱水物を5リットルのイオン交換水を入れたステンレス容器に投入し、攪拌して再度スラリー化し、80℃に加温した。また別にステアリン酸ソーダ（純度86%）：16.5 gを量り取り、80℃に加温したイオン交換水に入れて溶解した。これを攪拌しているスラリー中に注加して表面処理を行った。最後に濾過、水洗を行い、95℃、一昼夜乾燥後、粉碎して試料を得た。

分析の結果、 $Mg_{0.692}Al_{0.308}(OH)_2$ （多量体 $Si_{4.84}O_{10.68}$ ）_{0.062}（SO₄）_{0.062}（CO₃）_{0.030}・0.69H₂Oであった。Bアニオンの総電価（X）に占める割合は0.60、SiのAl₂O₃に対するモル比は1.95であった。またBETは18 m²/g、平均二次粒子径は0.77 μm、表

面処理吸着量は、3.0重量%であった。

実施例 3

実施例 2 と同様にして得られた試料を 200℃、3 時間の条件で熱処理し、層間水の除去を行った。

- 5 分析の結果、 $\text{Mg}_{0.692}\text{Al}_{0.308}(\text{OH})_2$ (多量体 $\text{Si}_{4.840}\text{O}_{10.68}$) $_{0.062}$ (SO_4) $_{0.062}$ (CO_3) $_{0.030} \cdot 0.09\text{H}_2\text{O}$ であった。B アニオンの総電価 (X) に占める割合は 0.60、Si の Al_2O_3 に対するモル比は 1.95 であった。また BET は $20\text{ m}^2/\text{g}$ 、平均二次粒子径は $0.72\text{ }\mu\text{m}$ 、表面処理吸着量は、3.3重量%であった。

10 実施例 4

- 1.5 mol/l の MgCl_2 溶液 : 2 リットルと 1.0 mol/l の $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液 : 0.750 リットルをステンレス容器に入れ攪拌しながら、3.0 mol/l の NaOH 溶液 : 3.000 リットルを注加し、30 分間維持した。次にその反応スラリーをオートクレーブに移し、170℃、6 時間水熱処理をした。次に 100℃以下に冷却後、ステンレス容器に移し、再度 80℃に加温後、攪拌しながら SiO_2 換算で 1.0 mol/l の珪酸ソーダ溶液 (3号水ガラス) : 1.125 リットルを加えて 1 時間攪拌した。続けてステアрил磷酸 (純度 99%) : 14 g 量り取り、80℃に加温した希薄な苛性ソーダ溶液中に懸濁させた後、スラリー中に注加して、表面
- 15 処理を行った。最後に濾過、水洗を行い、95℃、一昼夜乾燥後、粉碎して試料を得た。
- 20

分析の結果、 $\text{Mg}_{0.667}\text{Al}_{0.333}(\text{OH})_2$ (多量体 $\text{Si}_{6.020}\text{O}_{13.04}$) $_{0.0415}$ (SO_4) $_{0.095}$ (CO_3) $_{0.030} \cdot 0.43\text{H}_2\text{O}$ であった。B アニオンの総電価 (X) に占める割合は 0.75、Si の Al_2O_3 に対するモル比は 1.5

0であった。またBETは $15\text{ m}^2/\text{g}$ 、平均二次粒子径は $0.70\text{ }\mu\text{m}$ 、表面処理吸着量は、3.0重量%であった。

实施例 5

実施例 4 と同様にして得られた試料を 200℃、3 時間の条件で熱処理し、層間水の除去を行った。

分析の結果、 $\text{Mg}_{0.667}\text{Al}_{0.333}(\text{OH})_2$ (多量体 $\text{Si}_{6.02}\text{O}_{13.04}$) 0.0415
(SO_4) 0.095 (CO_3) $0.030 \cdot 0.08\text{H}_2\text{O}$ であった。B アニオンの総電価
(X) に占める割合は0.75、Si の Al_2O_3 に対するモル比は1.5
0 であった。また BET は $18 \text{ m}^2/\text{g}$ 、平均二次粒子径は $0.68 \mu\text{m}$ 、表
10 面処理吸着量は、3.3 重量% であった。

实施例 6

1. 5 mol/l の $MgCl_2$ 溶液 : 2 リットルと 1. 0 mol/l の $Al_2(SO_4)_3$ 溶液 : 0. 698 リットルをステンレス容器に入れ攪拌しながら、3. 0 mol/l の $NaOH$ 溶液 : 2. 930 リットルを注加し、30 分間維持した。次にその反応スラリーをオートクレーブに移し、170℃、6 時間水熱処理をした。冷却後、濾過、水洗を行なった後、脱水物を 5 リットルのイオン交換水を入れたステンレス容器に投入し、90℃に加温後、攪拌しながら、 SiO_2 換算で 1. 0 mol/l の珪酸ソーダ溶液 (3 号水ガラス) : 1. 605 リットルを加えて 3 時間攪拌した。続けてステアリン酸 (純度 99%) : 18. 6 g を量り取り、90℃に加温した希薄な苛性ソーダ溶液中に懸濁させた後、スラリー中に注加して、表面処理を行った。最後に濾過、水洗を行い、95℃、一昼夜乾燥後、粉碎して試料を得た。その試料を 200℃、3 時間の条件で熱処理し、層間水の除去を行った。

分析の結果、 $Mg_{0.683}Al_{0.317}(OH)_2$ (多量体 $Si_{4.26}O_{9.52}$) 0.0855
(SO_4) 0.050 (CO_3) $0.023 \cdot 0.11H_2O$ であった。Bアニオンの総電価
(X) に占める割合は0.46、Siの Al_2O_3 に対するモル比は2.3
0であった。またBETは $19 m^2/g$ 、平均二次粒子径は $0.62 \mu m$ 、表
5 面処理吸着量は、4.3重量%であった。

実施例 7

2.0 mol/l の $Mg(OH)_2$ スラリー：3リットルをステンレス容器
に入れ攪拌しながら、2.0 mol/l の $Al(NO_3)_3$ 溶液：0.750
リットルを注加し、30分攪拌した。次にその反応スラリーをオートクレ
10 ープに移し、 $170^\circ C$ 、10時間水熱処理をした。冷却後、濾過、水洗を行
なった後、脱水物をイオン交換水を入れたステンレス容器に投入し、攪
拌しながら SiO_2 換算で1.0 mol/l の珪酸ソーダ溶液 (3号水ガラス)
：2.100リットルを加えた後、 $90^\circ C$ に加温して2時間攪拌した。続
けてステアрил磷酸 (純度99%)：17.8 gを量り取り、 $90^\circ C$ に加温
15 した希薄な苛性ソーダ溶液中に懸濁させた後、スラリー中に注加して、
表面処理を行った。最後に濾過、水洗を行い、 $95^\circ C$ 、一昼夜乾燥後、粉
砕して試料を得た。その試料を $200^\circ C$ 、3時間の条件で熱処理し、層
間水の除去を行った。

分析の結果、 $Mg_{0.750}Al_{0.250}(OH)_2$ (多量体 $Si_{3.17}O_{7.34}$) 0.1105
20 (NO_3) 0.005 (CO_3) $0.012 \cdot 0.06H_2O$ であった。Bアニオンの総電価
(X) に占める割合は0.12、Siの Al_2O_3 に対するモル比は2.8
0であった。またBETは $16 m^2/g$ 、平均二次粒子径は $0.68 \mu m$ 、表
面処理吸着量は、3.3重量%であった。

実施例 8

実施例1と同様に水熱処理までしたスラリーを冷却後、濾過、水洗を行なった後、脱水物を5リットルのイオン交換水を入れたステンレス容器に投入し、攪拌して再度スラリー化し90℃に加温後、攪拌しながらSiO₂換算で1.0 mol/lの珪酸ソーダ溶液（3号水ガラス）：0.967リットルとSiO₂換算で1.0 mol/lのメタ珪酸ソーダ溶液：0.333リットルを加えて2時間攪拌した。続けて攪拌しながらステアリン酸ソーダ（純度86%）：21.6 gを量り取り、90℃に加温したイオン交換水に入れて溶解した後、スラリー中に注加して表面処理を行った。最後に濾過、水洗を行い、95℃、一昼夜乾燥後、粉碎して試料を得た。その試料を200℃、3時間の条件で熱処理し、層間水の除去を行った。

分析の結果、 $Mg_{0.692}Al_{0.308}(OH)_2$ （多量体と単量体 $Si_{3.3707.74}O_{0.089}(SO_4)_{0.024}(CO_3)_{0.040} \cdot 0.09H_2O$ ）であった。Bアニオンの総電価(X)に占める割合は0.42、Siの Al_2O_3 に対するモル比は1.95であった。またBETは $18 m^2/g$ 、平均二次粒子径は $0.77 \mu m$ 、表面処理吸着量は、4.4重量%であった。

実施例9

実施例1と同様に水熱処理までしたスラリーを冷却後、濾過、水洗を行なった後、脱水物をイオン交換水を入れたステンレス容器に投入し、攪拌して再度スラリー化し80℃に加温後、攪拌しながら1.0 mol/lの KH_2PO_4 溶液：1.233リットルを加えて1時間攪拌した。続けて攪拌しながらステアリン酸ソーダ（純度86%）：22.3 gを量り取り、80℃に加温したイオン交換水に入れて溶解した後、スラリー中に注加して表面処理を行った。最後に濾過、水洗を行い、95℃、一昼夜乾燥後、粉碎して試料を得た。その試料を200℃、3時間の条件で熱処理

し、層間水の除去を行った。

分析の結果、 $\text{Mg}_{0.692}\text{Al}_{0.308}(\text{OH})_2$ (多量体 $\text{P}_{3.310}\text{O}_{9.275}$) 0.086
(SO_4) 0.020 (CO_3) $0.048 \cdot 0.09\text{H}_2\text{O}$ であった。B アニオンの総電価
(X) に占める割合は0.44、Pの Al_2O_3 に対するモル比は1.85
5 であった。またBETは $23\text{ m}^2/\text{g}$ 、平均二次粒子径は $0.57\text{ }\mu\text{m}$ 、表面
処理吸着量は、4.4重量%であった。

実施例 10

1. 5 mol/l の MgCl_2 溶液：4リットルと 1.0 mol/l の Al_2
(SO_4) $_3$ 溶液：1.396リットルを混合し、混液を作成した。また1.
10 0 mol/l の炭酸ソーダ溶液と 2.0 mol/l の NaOH 溶液を用意した。 MgCl_2 溶液と $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液の混液： 100 ml/分 、炭酸ソーダ
溶液： 20 ml/分 の流量でイオン交換水が入った連続反応槽に攪拌し
ながら連続的に注加し、同時に反応PHが8~10になるように NaOH 溶液を
注加した。その時の滞留時間は約20分であった。スラリー中の反応物濃
15 度が安定してから反応スラリー：約 5.85 リットルを採取した。次に
その採取した反応スラリーを濾過、 0.5 mol/l の炭酸ソーダ溶液：
約2リットルで洗浄、最後に水洗後、イオン交換水： 4.5 リットルに
懸濁した。そのスラリーをオートクレーブに移し、 170°C 、12時間水熱
処理をした。冷却後、スラリーをステンレス容器に移し、攪拌しながら
20 1.0 mol/l の H_3PO_4 溶液： 0.928 リットルを加えて1時間攪
拌した。続けて 80°C に加温後、ラウリン酸ソーダ（純度99%）： 10.3 g
を量り取り、 80°C に加温したイオン交換水中に溶解させた後、スラ
リー中に注加して、表面処理を行った。最後に濾過、水洗を行い、 95°C 、
一昼夜乾燥後、粉碎して試料を得た。その試料を 200°C 、3時間の条

件で熱処理し、層間水の除去を行った。

分析の結果、 $Mg_{0.683}Al_{0.317}(OH)_2$ (多量体 $P_{1.89}O_{5.725}$) 0.1115
 $(CO_3)_{0.047} \cdot 0.11H_2O$ であった。Bアニオンの総電価 (X) に占める
 割合は0.30、Pの Al_2O_3 に対するモル比は1.33であった。また
 5 BETは $20 m^2/g$ 、平均二次粒子径は $0.43 \mu m$ 、表面処理吸着量は、
 2.3重量%であった。

実施例 1 1

実施例1と同様に水熱処理までしたスラリーを冷却後、濾過、水洗を
 行なった後、脱水物をイオン交換水を入れたステンレス容器に投入し、
 10 攪拌して再度スラリー化し90℃に加温後、攪拌しながら SiO_2 換算で1.
 $0 mol/l$ の珪酸ソーダ溶液 (3号水ガラス) : 0.647 リットルと1.
 $0 mol/l$ の KH_2PO_4 溶液 : 0.647 リットルを加えて2時間攪拌
 した。続けて攪拌しながらステアリン酸ソーダ (純度86%) : 19.2
 g 量り取り、90℃に加温したイオン交換水に入れて溶解した後、スラリ
 15 ー中に注加して表面処理を行った。最後に濾過、水洗を行い、95℃、一
 昼夜乾燥後、粉碎して試料を得た。その試料を $200^\circ C$ 、3時間の条件
 で熱処理し、層間水の除去を行った。

分析の結果、 $Mg_{0.692}Al_{0.308}(OH)_2$ (多量体 $Si_{3.36}O_{7.72}$) 0.0445 (多
 量体 $P_{3.36}O_{9.40}$) 0.0445 $(SO_4)_{0.042}$ $(CO_3)_{0.023} \cdot 0.11H_2O$ であった。
 20 Bアニオンの総電価 (X) に占める割合は0.42、Siの Al_2O_3 に対
 するモル比は0.97、Pの Al_2O_3 に対するモル比は0.97であった。
 またBETは $20 m^2/g$ 、平均二次粒子径は $0.80 \mu m$ 表面処理吸着量は、
 3.9重量%であった。

実施例 1 2

1. 5 mol/l の $MgCl_2$ 溶液 : 1. 75 リットルと 1. 5 mol/l の $ZnCl_2$ 溶液 : 0. 25 リットルと 1. 0 mol/l の $Al_2(SO_4)_3$ 溶液 : 0. 75 リットルの混液をステンレス容器に入れ攪拌しながら、3. 0 mol/l の NaOH 溶液 : 3. 000 リットルを注加し、30 分間維持した。
- 5 次にその反応スラリーをオートクレーブに移し、150°C、10 時間水熱処理をした。次に冷却後、濾過、水洗を行なった後、脱水物をイオン交換水を入れたステンレス容器に投入し、攪拌して再度スラリー化し 90°C に加温後、攪拌しながら 1. 0 mol/l の四硼酸ソーダ ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) 溶液 : 0. 469 リットルを加えて 2 時間攪拌した。続けて
- 10 攪拌しながらステアリン酸ソーダ (純度 86%) : 20. 9 g を量り取り、90°C に加温したイオン交換水に入れて溶解した後、スラリー中に注加して表面処理を行った。最後に濾過、水洗を行い、95°C、一昼夜乾燥後、粉碎してを得た。その試料を 200°C、3 時間の条件で熱処理し、層間水の除去を行った。
- 15 分析の結果、 $(Mg_{0.875}Zn_{0.125})_{0.667}Al_{0.333}(OH)_2$ (多量体 $B_{4.4007.60}O_{0.0945}(SO_4)_{0.040}(CO_3)_{0.032} \cdot 0.07H_2O$) であった。B アニオンの総電価 (X) に占める割合は 0. 43、B の Al_2O_3 に対するモル比は 2. 50 であった。また BET は $16 m^2/g$ 、平均二次粒子径は 0. 6 μm 、表面処理吸着量は、4. 5 重量% であった。

20 実施例 13

1. 0 mol/l の Li_2SO_4 溶液 : 1. 10 リットルと 1. 0 mol/l の $Al_2(SO_4)_3$ 溶液 : 2. 00 リットルの混液をステンレス容器に入れ攪拌しながら、3. 0 mol/l の NaOH 溶液 : 4. 00 リットルを注加し、30 分間維持した。次にその反応スラリーをオートクレーブに移し、

170℃、6時間水熱処理をした。冷却後、濾過、水洗を行なった後、脱水物をイオン交換水を入れたステンレス容器に投入し、90℃に加温後、攪拌しながら SiO_2 換算で1.0 mol/lの珪酸ソーダ溶液（3号水ガラス）：1.960リットルを加えて3時間攪拌した。続けてステアリン酸（純度99%）23.3 gを量り取り、90℃に加温した希薄な苛性ソーダ溶液中に懸濁させた後、スラリー中に注加して、表面処理を行った。最後に濾過、水洗を行い、95℃、一昼夜乾燥後、粉碎して試料を得た。その試料を200℃、3時間の条件で熱処理し、層間水の除去を行った。

分析の結果、 $\text{Li}_{0.97}\text{Al}_2(\text{OH})_6$ （多量体 $\text{Si}_{2.49}\text{O}_{5.98}$ ） $0.393(\text{SO}_4)_{0.075}(\text{CO}_3)_{0.017} \cdot 0.50\text{H}_2\text{O}$ であった。Bアニオンの総電価(X)に占める割合は0.19、Siの Al_2O_3 に対するモル比は0.98であった。またBETは $19\text{ m}^2/\text{g}$ 、平均二次粒子径は $1.00\text{ }\mu\text{m}$ 、表面処理吸着量は、4.5重量%であった。

実施例14

1.0 mol/lの Li_2SO_4 溶液：1.10リットルと1.0 mol/lの MgCl_2 溶液：0.04リットルと1.0 mol/lの $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液：2.00リットルの混液をステンレス容器に入れ攪拌しながら、3.0 mol/lの NaOH 溶液：4.00リットルを注加し、30分間維持した。次にその反応スラリーをオートクレーブに移し、170℃、6時間水熱処理をした。冷却後、濾過、水洗を行なった後、脱水物をイオン交換水を入れたステンレス容器に投入し、90℃に加温後、攪拌しながら1.0 mol/lの KH_2PO_4 溶液：2.00リットルを加えて3時間攪拌した。続けてステアリン酸ソーダ（純度86%）：29.6 gを量り取り、90℃に加温したイオン交換水に入れて溶解した後、スラリー中に注加して、

表面処理を行った。最後に濾過、水洗を行い、95℃、一昼夜乾燥後、粉碎して試料を得た。その試料を200℃、3時間の条件で熱処理し、層間水の除去を行った。

- 分析の結果、 $\text{Li}_{0.95}\text{Mg}_{0.02}\text{Al}_2(\text{OH})_6$ (多量体 $\text{P}_{2.21}\text{O}_{6.53}$) $_{0.444}$ (SO₄) $_{0.035}$ (CO₃) $_{0.017} \cdot 0.60\text{H}_2\text{O}$ であった。Bアニオンの総電価(X)に占める割合は0.11、Pの Al_2O_3 に対するモル比は0.98であった。またBETは18 m²/g、平均二次粒子径は0.77 μm、表面処理吸着量は、4.4重量%であった。

比較例 1

- 10 DHT-4A (協和化学工業製) を用いた。

分析の結果、 $\text{Mg}_{0.683}\text{Al}_{0.317}(\text{OH})_2(\text{CO}_3)_{0.158} \cdot 0.56\text{H}_2\text{O}$ であった。BETは15 m²/g、平均二次粒子径は0.65 μm、表面処理吸着量は、2.9重量%であった。

比較例 2

- 15 実施例1と水熱処理まで同様な操作をした。冷却後、濾過、水洗を行った後、脱水物をイオン交換水を入れたステンレス容器に投入し、攪拌しながらSiO₂換算で1.0 mol/lのメタ珪酸ソーダ溶液：0.667リットルを加えて後、90℃に加温して2時間攪拌した。続けて攪拌しながらステアリン酸ソーダ(純度86%)：18.2 gを量り取り、90℃
20 に加温したイオン交換水に入れて溶解した後、スラリー中に注加して表面処理を行った。最後に濾過、水洗を行い、95℃、一昼夜乾燥後、粉碎して試料を得た。

分析の結果、 $\text{Mg}_{0.692}\text{Al}_{0.308}(\text{OH})_2(\text{HSi}_{1.00}\text{O}_{3.00})_{0.154}(\text{SO}_4)_{0.054}(\text{CO}_3)_{0.023} \cdot 0.62\text{H}_2\text{O}$ であった。Bアニオンの総電価(X)に占

める割合は0.50、Siの Al_2O_3 に対するモル比は1.00であった。またBETは $22\text{ m}^2/\text{g}$ 、平均二次粒子径は $0.70\text{ }\mu\text{m}$ 、表面処理吸着量は、4.0重量%であった。

比較例 3

- 5 特開平8-217912公報 (= EP 708,056) の [実施の形態2] に準じた合成を行った。

1. 5 mol/l の $Mg(NO_3)_2$ 溶液 : 3 リットルと 2. 0 mol/l の $Al(NO_3)_3$ 溶液 : 0.667 リットルの混液をオートクレーブ容器に入れ攪拌しながら、3. 0 mol/l の $NaOH$ 溶液 : 2.889 リットルを注
10 加し、30分間維持した後、 170°C 、12時間の水熱処理をした。次に約 70°C に冷却後、攪拌しながら SiO_2 換算で1. 0 mol/l の珪酸ソーダ溶液 (3号水ガラス) : 2.667 リットルをオートクレーブ内に加えて30分間攪拌した。続けてステアaryl 麟酸 (純度99%) : 20.4 g を量り取り、 70°C に加温した希薄な苛性ソーダ溶液中に懸濁させた後、オート
15 クレーブ内に注加して、表面処理を行った。最後に濾過、脱炭酸水による洗浄を行い、 95°C 、一昼夜乾燥後、粉碎して試料を得た。

- 分析の結果、 $Mg_{0.692}Al_{0.308}(OH)_2$ (多量体 $Si_{4.000}O_{9.00}$) $0.154 \cdot 0.62H_2O$ であった。B アニオンの総電価 (X) に占める割合は0.00、Siの Al_2O_3 に対するモル比は4.00であった。またBETは $21\text{ m}^2/\text{g}$ 、平均二次粒子径は $0.84\text{ }\mu\text{m}$ 、表面処理吸着量は、4.0重量%であった。
20

比較例 4

比較例 3 と同様にして得られた試料を 200°C 、3 時間の条件で熱処理し、層間水の除去を行った。

分析の結果、 $\text{Mg}_{0.692}\text{Al}_{0.308}(\text{OH})_2$ (多量体 $\text{Si}_{4.00}\text{O}_{9.00}$) $0.154 \cdot 0.04\text{H}_2\text{O}$ であった。Bアニオンの総電価(X)に占める割合は0.00、Siの Al_2O_3 に対するモル比は4.00であった。またBETは $23\text{m}^2/\text{g}$ 、平均二次粒子径は $0.80\mu\text{m}$ 、表面処理吸着量は、4.4重量%であった。

比較例 5

2.0mol/lの $\text{Al}(\text{OH})_3$ スラリー：2リットルをステンレス容器に入れ攪拌しながら、 Li_2CO_3 粉末：88.6gを添加し、30分間攪拌した。その反応スラリーをオートクレーブに移し、 140°C 、4時間水熱処理をした。冷却後、反応スラリーをステンレス容器に移し、 80°C に加熱後、ステアリン酸ソーダ（純度86%）：16.3gを量り取り、 80°C に加熱したイオン交換水中に入れて溶解した後、スラリー中に注加して表面処理を行った。最後に濾過、水洗を行い、 95°C 、一昼夜乾燥後、粉碎して試料を得た。

15 分析の結果、 $\text{Li}_{1.00}\text{Al}_2(\text{OH})_6(\text{CO}_3)_{0.50} \cdot 3.0\text{H}_2\text{O}$ であった。BETは $15\text{m}^2/\text{g}$ 、平均二次粒子径は $0.90\mu\text{m}$ 、表面処理吸着量は、2.9重量%であった。

比較例 6

特再平09-800828公報 (= USP 5,767,179 及び EP 778,241) の [実施例 4] に準じた合成を行った。

2.0mol/lの $\text{Al}(\text{OH})_3$ スラリー：2リットルをステンレス容器に入れ攪拌しながら、 Li_2CO_3 粉末：88.6gを添加し、30分間攪拌した。その反応スラリーをオートクレーブに移し、 140°C 、4時間水熱処理をした。室温まで冷却後、攪拌しながら0.5Nの HNO_3 溶液：5.2

4 4 リットルをオートクレーブ内にゆっくり注加し、1時間攪拌した。
次に攪拌しながら 1. 0 mol/l の珪酸ソーダ溶液（3号水ガラス）：2.
0 1 0 リットルを加えて1時間攪拌した。その後70℃に加温し、ステア
5 リル磷酸（純度99%）1 5. 7 gを量り取り、70℃に加温した希薄な苛
性ソーダ溶液中に懸濁させた後、オートクレーブ内に注加して、表面処
理を行った。最後に濾過、脱炭酸水による洗浄を行い、95℃、一昼夜乾
燥後、粉碎して試料を得た。その試料を200℃、3時間の条件で熱処
理し、層間水の除去を行った。

分析の結果、 $\text{Li}_{1.00}\text{Al}_2(\text{OH})_6$ （多量体 $\text{Si}_{2.00}\text{O}_{5.00}$ ） $0.500 \cdot 0.30\text{H}_2$
10 O であった。Bアニオンの総電価（X）に占める割合は0. 00、Si
の Al_2O_3 に対するモル比は1. 00であった。またBETは $15\text{m}^2/\text{g}$ 、
平均二次粒子径は $0.90\mu\text{m}$ 、表面処理吸着量は、3. 3重量%であっ
た。

比較例 7

15 特再平09-800828公報（=USP 5, 767, 179及びEP 778, 2
41）の〔実施例1〕に準じた合成を行った。

2. 0 mol/l の $\text{Al}(\text{OH})_3$ スラリー：2リットルをステンレス容器に
入れ攪拌しながら、 Li_2CO_3 粉末：88. 6 gと1. 0 mol/l の Mg
 Cl_2 溶液：0. 040リットルを添加し、30分間攪拌した。その反応
20 スラリーをオートクレーブに移し、140℃、4時間水熱処理をした。室温
まで冷却後、攪拌しながら0. 5Nの HNO_3 溶液：5. 404リットルを
オートクレーブ内にゆっくり注加し、1時間攪拌した。次に攪拌しながら
1. 0 mol/l の珪酸ソーダ溶液（3号水ガラス）：2. 090リット
ルを加えて1時間攪拌した。その後70℃に加温し、ステアシル磷酸（純

度99%) 16.3 gを量り取り、70℃に加温した希薄な苛性ソーダ溶液中に懸濁させた後、オートクレーブ内に注加して、表面処理を行った。最後に濾過、脱炭酸水による洗浄を行い、95℃、一昼夜乾燥後、粉碎して試料を得た。その試料を200℃、3時間の条件で熱処理し、層間水の除去を行った。

分析の結果、 $\text{Li}_{0.98}\text{Mg}_{0.02}\text{Al}_2(\text{OH})_6$ (多量体 $\text{Si}_{2.00}\text{O}_{5.00}$) $_{0.51} \cdot 0.25\text{H}_2\text{O}$ であった。Bアニオンの総電価(X)に占める割合は0.00、Siの Al_2O_3 に対するモル比は1.02であった。またBETは $16\text{ m}^2/\text{g}$ 、平均二次粒子径は $0.88\text{ }\mu\text{m}$ 、表面処理吸着量は、3.2重量%であった。

<農業用フィルムでの効果>

EVAを用いて下に示した配合で、100℃のオープンロールにて混練し、EVA-樹脂組成物を作成し、次に、180℃の電熱プレス機により厚さ $100\text{ }\mu\text{m}$ に成形したフィルムを得た。そのフィルムを用いて、目視による分散性(白ブツ発生)を評価、ヘイズメーターによる全光線透過率、ヘイズ値(曇り度)の測定、また赤外線吸収能を測定し、保温指数の計算を行なった。

(EVA-樹脂組成物配合表)

	エチレン-酢酸ビニル共重合体(3758、酢酸ビニル	
20	含量15% : 日本ユニカー社製)	87.4 重量%
	ヒンダードアミン系光安定剤(チマソープ 770 :	
	チバガイギー社製)	0.2 重量%
	紫外線吸収剤(チヌービン320 : チバガイギー社製)	0.1 重量%
	酸化防止剤(イルガノックス1076 : チバガイギー社製)	0.1 重量%

	防曇剤	モノグリセリンモノステアレート	1.5	重量%
		ジグリセリンジステアレート	0.5	重量%
	滑剤	ステアリン酸アミド	0.1	重量%
	防霧剤	(DS-403: ダイキン工業社製)	0.1	重量%
5	赤外線吸収剤	(実施例あるいは比較例)	10	重量%

実施例 15

EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例 1 を用いた。

実施例 16

EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例 2 を用いた。

10 実施例 17

EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例 3 を用いた。

実施例 18

EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例 4 を用いた。

実施例 19

15 EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例 5 を用いた。

実施例 20

EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例 6 を用いた。

実施例 21

EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例 7 を用いた。

20 実施例 22

EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例 8 を用いた。

実施例 23

EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例 9 を用いた。

実施例 24

EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例10を用いた。

実施例25

5 EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例11を用いた。

実施例26

EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例12を用いた。

実施例27

10 EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例13を用いた。

実施例28

EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例14を用いた。

15 比較例8

EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として比較例1を用いた。

比較例9

EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として比較例2を用いた。

比較例10

20 EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として比較例3を用いた。

比較例11

EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として比較例4を用いた。

比較例12

EVA-樹脂組成物において、赤外線吸収剤として比較例5を用いた。

比較例 1 3

E V A - 樹脂組成物において、赤外線吸収剤として比較例 6 を用いた。

比較例 1 4

E V A - 樹脂組成物において、赤外線吸収剤として比較例 7 を用いた。

5 比較例 1 5

E V A - 樹脂組成物において、赤外線吸収剤を配合しなかった。

実施例 1 5 ~ 2 8 と比較例 8 ~ 1 5 の評価結果を表 1 に示した。

10

15

20

表 1

	保温指数	全光線透過率	ヘイズ	分散性 (目視)
実施例 1 5	8 5	8 9	4	良好
実施例 1 6	8 6	9 0	4	良好
実施例 1 7	8 6	9 0	5	良好
実施例 1 8	8 4	9 0	4	良好
実施例 1 9	8 4	9 0	5	良好
実施例 2 0	8 6	9 0	4	良好
実施例 2 1	8 6	9 0	5	良好
実施例 2 2	8 6	9 0	5	良好
実施例 2 3	8 5	9 0	4	良好
実施例 2 4	8 4	9 0	5	良好
実施例 2 5	8 4	9 0	4	良好
実施例 2 6	8 4	9 0	5	良好
実施例 2 7	8 5	9 0	5	良好
実施例 2 8	8 5	9 0	5	良好
比較例 8	8 0	8 8	1 0	良好
比較例 9	8 2	8 8	1 0	良好
比較例 1 0	8 3	8 9	1 0	良好
比較例 1 1	8 3	9 0	1 4	良好
比較例 1 2	8 0	8 9	1 5	良好
比較例 1 3	8 4	8 9	1 4	良好
比較例 1 4	8 4	8 9	1 4	良好
比較例 1 5	5 5	9 2	2	—

メタロセン P E を用いて下に示した配合で、180℃で単軸混練機を用いてメタロセン P E -樹脂組成物を作成し、次に、160℃でTダイ押し出し機により厚さ100 μ mに成形したフィルムを得た。そのフィルム

を用いて、EVAと同様な測定を行なった。

(メタロセンPE樹脂組成物)

	メタロセンPE (KF-270: 日本ポリケム社製)	87.3	重量%
	ヒンダードアミン系光安定剤(TINUVIN 622:		
5	チバガイギー社製)	0.2	重量%
	紫外線吸収剤 (チヌービン320: チバガイギー社製)	0.1	重量%
	酸化防止剤 (イルガノックス1010: チバガイギー社製)	0.1	重量%
	(イルガフォス168: チバガイギー社製)	0.1	重量%
	防曇剤 モノグリセリンモノステアレート	1.5	重量%
10	ジグリセリンジステアレート	0.5	重量%
	滑剤 ステアリン酸アミド	0.1	重量%
	防霧剤 (KF-345: 信越化学社製)	0.1	重量部
	赤外線吸収剤 (実施例あるいは比較例)	10	重量%

実施例 29

- 15 メタロセンPE樹脂組成物に、赤外線吸収剤として実施例2を用いた。

実施例 30

メタロセンPE樹脂組成物に、赤外線吸収剤として実施例3を用いた。

20 実施例 31

メタロセンPE樹脂組成物に、赤外線吸収剤として実施例4を用いた。

実施例 32

メタロセンPE樹脂組成物に、赤外線吸収剤として実施例5を用い

た。

実施例 3 3

メタロセナー P E 樹脂組成物に、赤外線吸収剤として実施例 6 を用いた。

5 実施例 3 4

メタロセナー P E 樹脂組成物に、赤外線吸収剤として実施例 9 を用いた。

実施例 3 5

メタロセナー P E 樹脂組成物に、赤外線吸収剤として実施例 1 3 を用いた。

比較例 1 6

メタロセナー P E 樹脂組成物に、赤外線吸収剤として比較例 1 を用いた。

比較例 1 7

15 メタロセナー P E 樹脂組成物に、赤外線吸収剤として比較例 2 を用いた。

比較例 1 8

メタロセナー P E 樹脂組成物に、赤外線吸収剤として比較例 4 を用いた。

20 比較例 1 9

メタロセナー P E 樹脂組成物に、赤外線吸収剤として比較例 5 を用いた。

比較例 2 0

メタロセナー P E 樹脂組成物に、赤外線吸収剤として比較例 6 を用い

た。

比較例 2 1

メタロセナー P E 樹脂組成物に、赤外線吸収剤を配合しなかった。

比較例 2 2

5 メタロセナー P E 樹脂のみを使用した。（添加剤は無し。）

実施例 29～35 と比較例 16～22 の評価結果を表 2 に示した。

表 2

	保温指数	全光線透過率	ヘイズ	分散性（目視）	
10	実施例 2 9	7 7	9 0	4	良好
	実施例 3 0	7 7	9 0	5	良好
	実施例 3 1	7 6	9 0	4	良好
	実施例 3 2	7 5	9 0	4	良好
	実施例 3 3	7 7	8 9	5	良好
	実施例 3 4	7 6	9 0	4	良好
	実施例 3 5	7 7	8 9	4	良好
15	比較例 1 6	6 7	8 9	8	良好
	比較例 1 7	7 3	8 9	8	良好
	比較例 1 8	7 7	8 9	1 0	良好
	比較例 1 9	7 2	8 8	1 3	良好
	比較例 2 0	7 7	8 8	1 1	良好
	比較例 2 1	2 8	9 1	3	—
	比較例 2 2	2 8	9 2	1	—

上記のフィルムをサンシャインウェザーメーター（島津製作所製）により促進劣化試験を行った。7 5 0 時間後のフィルムを目視観察した結果、比較例 2 2 のメタロセナー P E 単独のフィルムはひどく劣化（硬化）していた。また比較例 2 1 の赤外線吸収剤だけを配合していないフィル

ムは、僅かな表面劣化やブリードアウトが発生していた。しかしながら、赤外線吸収剤も配合しているフィルムは、どれも比較例 22 のものより表面劣化の度合いは緩やかで、またブリードアウトもほとんど見られなかった。

- 5 PVC（信越化学社製：平均分子量 1000）を用いて下に示した配合で 180℃ のオープンロールにて混練し、PVC-樹脂組成物を作成し、次に、180℃ の電熱プレス機により厚さ 100 μm に成形したフィルムを得た。そのフィルムを用いて、EVA と同様な測定を行なった。

（PVC-基本樹脂組成物）

10	ポリ塩化ビニル（平均分子量 1000：信越化学社製）	57.89	重量%
	可塑剤 DOP（フタル酸ジオクチル）	30	重量%
	トリクレジルフォスフェート	3	重量%
	ビスフェノール A 型エポキシ樹脂	1.5	重量%
	ヒンダードアミン系光安定剤（チマソープ 119：		
15	チバガイギー社製）	0.1	重量%
	紫外線吸収剤（チヌービン 329：チバガイギー社製）	0.05	重量%
	酸化防止剤（イルガノックス 1076：チバガイギー社		
	製）	0.05	重量%
	防曇剤 ソルビタンモノパルミネート	1.0	重量%
20	防霧剤（KF-345：信越化学社製）	0.1	重量%
	滑剤 メチレンビスステアリン酸アミド	0.3	重量%
	熱安定剤 Ba-Zn 系安定剤	1.0	重量%
	ジベンゾイルメタン	0.01	重量%
	赤外線吸収剤（実施例あるいは比較例）	5	重量%

実施例 3 6

P V C - 樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例 3 を用いた。

実施例 3 7

P V C - 樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例 7 を用いた。

5 実施例 3 8

P V C - 樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例 1 0 を用いた。

実施例 3 9

10 P V C - 樹脂組成物において、赤外線吸収剤として実施例 1 4 を用いた。

比較例 2 3

P V C - 樹脂組成物において、赤外線吸収剤として比較例 1 を用いた。

比較例 2 4

P V C - 樹脂組成物において、赤外線吸収剤として比較例 4 を用いた。

15 比較例 2 5

P V C - 樹脂組成物において、赤外線吸収剤として比較例 7 を用いた。

比較例 2 6

P V C - 樹脂組成物において、赤外線吸収剤を配合しなかった。

実施例 36 ~ 39 と比較例 23 ~ 26 の評価結果を表 3 に示した。

20

表 3

	保温指数	全光線透過率	ヘイズ	分散性（目視）
実施例 3 6	8 9	9 1	5	良好
実施例 3 7	8 9	9 1	4	良好
実施例 3 8	8 9	9 1	4	良好
実施例 3 9	8 9	9 1	4	良好
比較例 2 3	8 5	9 1	5	良好
比較例 2 4	8 8	9 0	6	良好
比較例 2 5	8 8	9 1	6	良好
比較例 2 6	7 8	9 1	3	—

10

また、図 1 に、実施例 2 の本発明のハイドロタルサイト類化合物（粉末）をメタロセンポリエチレン（PE）に 10 重量％含有させた厚み 100 μ m のフィルムの IR 吸収チャートを示す。

15

図 2 に、実施例 3 の本発明のハイドロタルサイト類化合物（粉末）をメタロセン PE に 10 重量％含有させた厚み 100 μ m のフィルムの IR 吸収チャートを示す。

図 3 に、実施例 9 の本発明のハイドロタルサイト類化合物（粉末）をメタロセン PE に 10 重量％含有させた厚み 100 μ m のフィルムの IR 吸収チャートを示す。

20

図 4 に、比較例 1 のハイドロタルサイト類化合物（粉末）をメタロセン PE に 10 重量％含有させた厚み 100 μ m のフィルムの IR 吸収チャートを示す。

図 5 に、メタロセン PE のみの厚み 100 μ m のフィルムの IR 吸収チャートを示す。

産業上の利用可能性

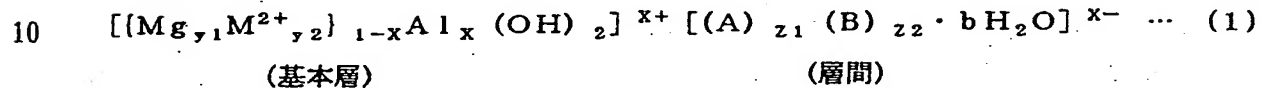
本発明の層間のアニオンとして珪素系、磷系及び硼素系酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオンであり、且つその一部及び／または全部が珪素系、磷系及び硼素系多量体酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオン及びそれ以外のアニオンの少なくとも一種のアニオンとを保持したハイドロタルサイト系化合物は、従来のハイドロタルサイト系化合物と比較して優れた赤外線吸収能を持つと共に、農業用フィルムに用いられる熱可塑性樹脂に含有させた場合、フィルムにおける優れた光通過性を付与できるものである。特に平均二次粒子径が $5\mu\text{m}$ 以下で且つBET比表面積が $30\text{m}^2/\text{g}$ 以下のものや表面処理された該ハイドロタルサイト系化合物は、農業用フィルムに用いられる熱可塑性樹脂に対して分散性が良好である。本発明のハイドロタルサイト系化合物を製造するに当たり、反応合成時から硫酸イオン型を製造することにより安価なものを提供することができる。

本発明のハイドロタルサイト系化合物を赤外線吸収剤として農業用フィルムに含有させた場合、優れた保温性と優れた光通過性を兼備した農業用フィルムを提供することができる。また各種添加剤を併用することにより、耐候性、防曇性、防霧性、防塵性、流滴性、強靱性、耐農薬性、耐酸性雨性、耐熱性、退色性、抗菌性、防カビ性、展張り作業性及び各種添加剤による樹脂劣化防止性に優れた、またこれら特性の持続性に優れた農業用フィルムを提供することができる。

請求の範囲

1. 層間のアニオンとして珪素系、磷系及び硼素系酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオンであり、且つその一部及び／または全部が珪素系、磷系及び硼素系多量体酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオンとそれ以外のアニオンとを保持していることを特徴とする下記式(1)または下記式(2)で表されるハイドロタルサイト系化合物。

<Mg-Alハイドロタルサイト系化合物>



M²⁺は、Zn、Ca及びNiの少なくとも1種の2価金属イオンを示す。

- Aは、珪素系、磷系及び硼素系酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオンを示し、且つその一部及び／または全部が珪素系、磷系及び硼素系多量体酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオンであることを示し、

Bは、A以外のアニオンの少なくとも一種のアニオンを示し、

X、y₁、y₂、Z₁、Z₂及びbはそれぞれ下記条件を満足する。

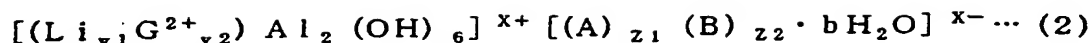
Xは、0 < X ≤ 0.5、

- 20 y₁及びy₂は、y₁ + y₂ = 1、0 < y₁ ≤ 1、0 ≤ y₂ < 1、

Z₁及びZ₂は、0 < Z₁、0 < Z₂

bは、0 ≤ b < 2

<Li-Alハイドロタルサイト系化合物>



(基本層)

(層間)

- 5 G^{2+} は、Mg、Zn、Ca及びNiの少なくとも1種の2価金属イオンを示す。Aは、珪素系、磷系及び硼素系酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオンを示し、且つその一部及び／または全部が珪素系、磷系及び硼素系多量体酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオンであることを示し、

- 10 Bは、A以外のアニオンの少なくとも一種のアニオンを示し、
 y_1 、 y_2 、X、 z_1 、 z_2 及びbはそれぞれ下記条件を満足する。
 y_1 及び y_2 は、 $0 < y_1 \leq 1$ 、 $0 \leq y_2 < 1$ 、 $0.5 \leq (y_1 + y_2) \leq 1$

Xは、 $X = y_1 + 2y_2$ 、

- 15 z_1 及び z_2 は、 $0 < z_1$ 、 $0 < z_2$

bは、 $0 \leq b < 5$ 。

2. 式(1)または(2)中のBで示されるアニオンが硫酸イオン、炭酸イオン、塩素イオン及び硝酸イオンの少なくとも一種のアニオンであることを特徴とする請求の範囲1記載のハイドロタルサイト系化合物。

- 20 3. 式(1)または(2)中のBで示されるアニオンが硫酸イオン及び炭酸イオンの少なくとも一種であることを特徴とする請求の範囲1及び2記載のハイドロタルサイト系化合物。

4. 式(1)または(2)において下記式の範囲であることを特徴とする請求の範囲1～3記載のハイドロタルサイト系化合物。

式(1)及び(2)中、 $0.1 \leq ((B)_{z1} \text{の総電価数}) / X \leq 0.8$ 、

5 5. 式(1)中のAで示されるアニオンである珪素系及び／または磷系の酸素酸イオンがSi及び／またはPのモル数(Q)として下記式の範囲であることを特徴とする請求の範囲1～4記載のハイドロタルサイト系化合物。

$$0 < Q / (A \text{ 1}_2O_3 \text{としてのモル数}) < 2$$

6. 式(2)中のAで示されるアニオンである珪素系の酸素酸イオンがSiのモル数(R)として下記式の範囲であることを特徴とする請求の範囲1～4記載のハイドロタルサイト系化合物。

10 $0 < R / (A \text{ 1}_2O_3 \text{としてのモル数}) < 1$

7. 高級脂肪酸、アニオン系界面活性剤、リン酸エステル、ノニオン系界面活性剤、シラン、チタネート及びアルミニウム系カップリング剤及び多価アルコールの脂肪酸エステル類等からなる群の少なくとも一種の表面処理剤で表面処理された請求の範囲1～6記載のハイドロタルサイト系化合物。

15

8. 平均二次粒子径が $5 \mu m$ 以下で且つBET比表面積が $30 m^2/g$ 以下であることを特徴とする請求の範囲1～7記載のハイドロタルサイト系化合物。

9. 請求の範囲1～8記載のハイドロタルサイト系化合物を有効成分とすることを特徴とする赤外線吸収剤。

20

10. 請求の範囲1～8記載のハイドロタルサイト系化合物において、層間水を部分的または全部除去したものを有効成分とする赤外線吸収剤。

11. 熱可塑性樹脂に対して、1～30重量%の請求の範囲9及び／または10記載の赤外線吸収剤を少なくとも1種を含有するフィルム構

造からなることを特徴とする農業用フィルム。

12. あらかじめ、層間のアニオンが主として硫酸イオンであるハイドロタルサイト系化合物を反応合成時に作成しておき、その後60℃～100℃で珪素系、燐系及び硼素系酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオンであり、且つその一部及び／または全部が珪素系、燐系及び硼素系多量体酸素酸イオンの少なくとも一種のアニオンにイオン交換することを特徴とする請求の範囲1～7記載のハイドロタルサイト系化合物の製造法。
- 5

10

15

20

FIG. 1

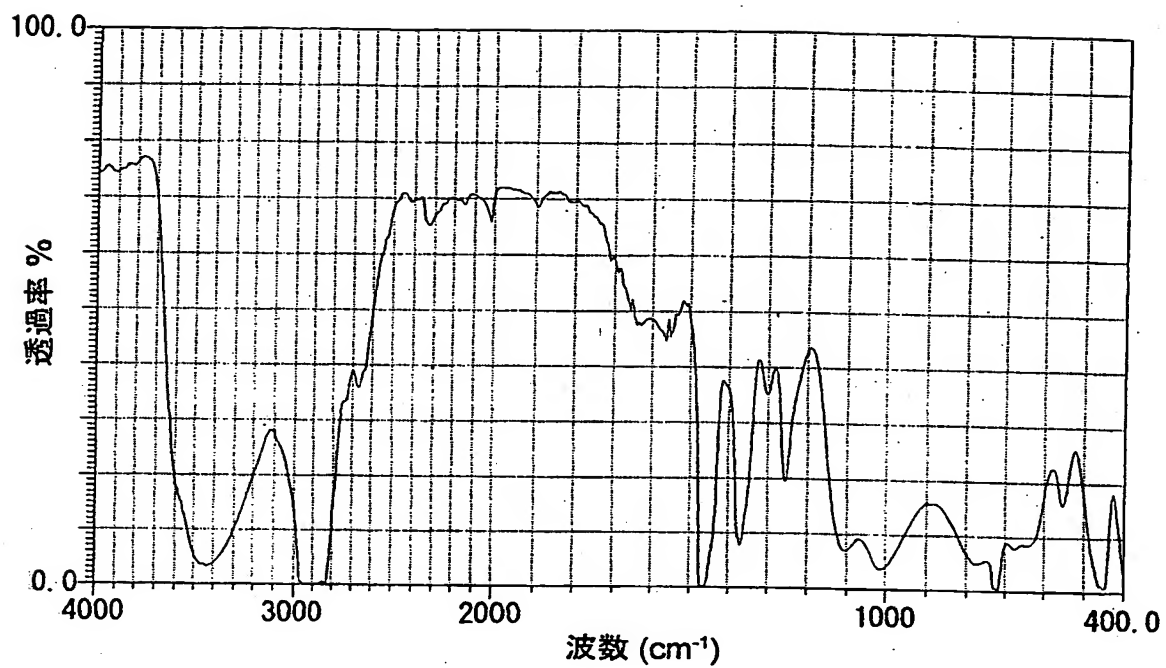


FIG. 2

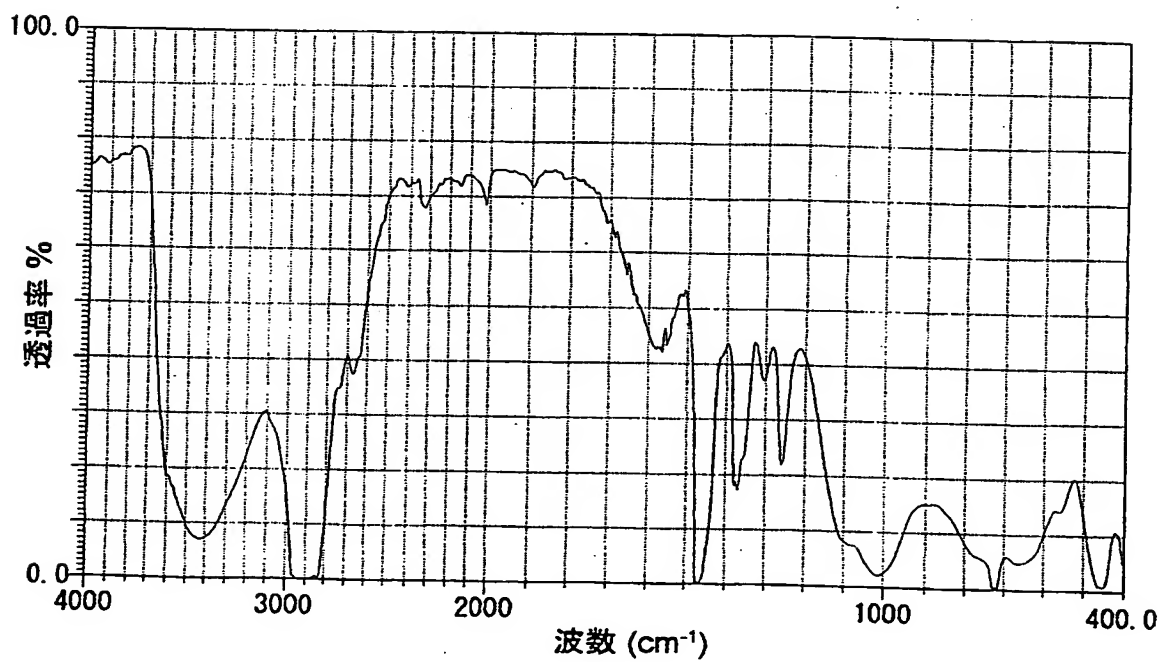


FIG. 3

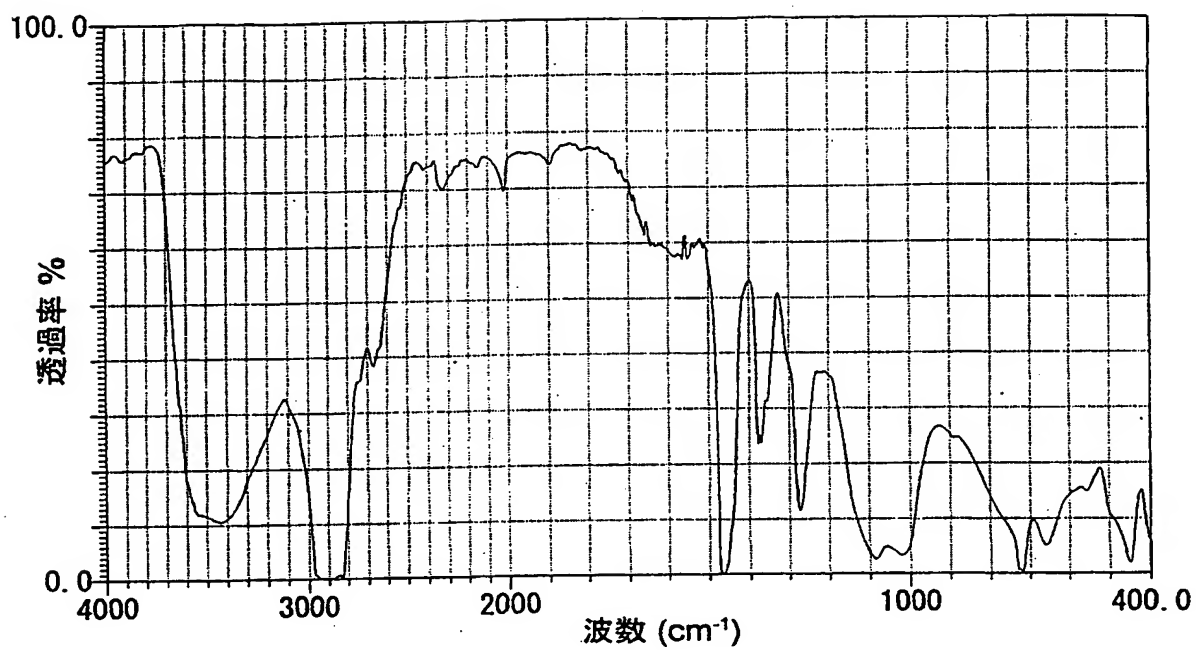


FIG. 4

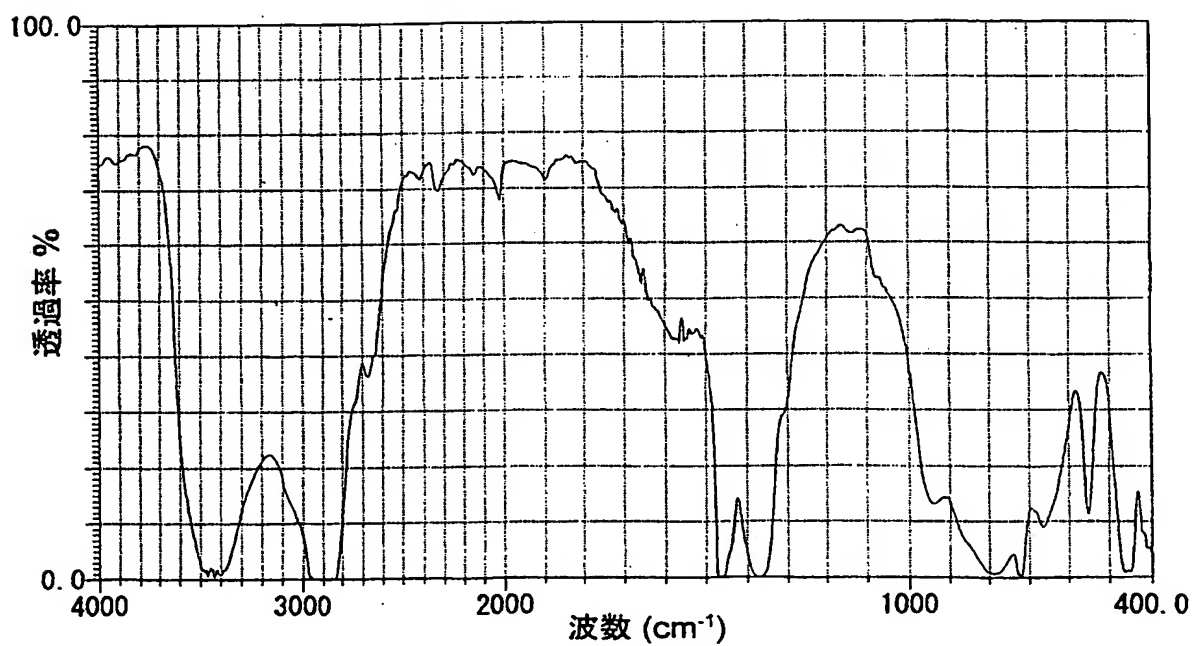
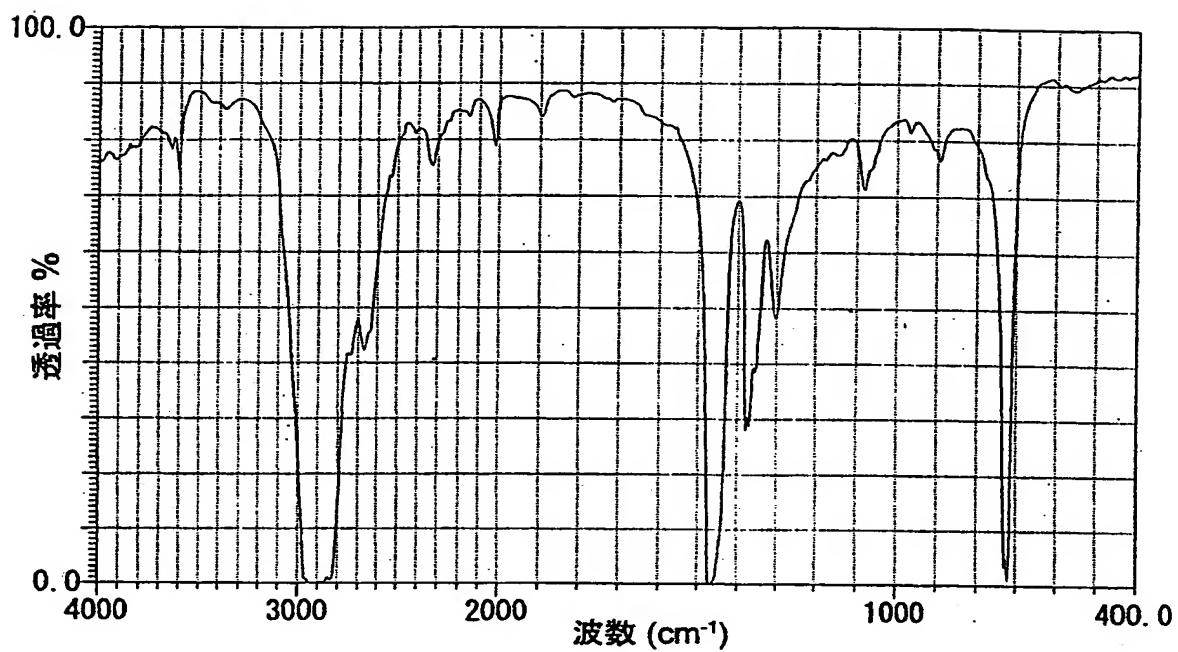


FIG. 5



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/06651

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C01B33/44 , C09C1/40 , C09K3/00 , A01G9/14 , A01G13/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C01F1/00-17/00 , C01B33/20-33/44 , A01G9/00-9/26 , A01G13/00-13/10

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2000
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2000	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP, 09-279124, A (Fuji Chemical Ind. Co., ltd.), 28 October, 1997 (28.10.97), Full text, (Family: none)	1-12
A	JP, 09-302158, A (ACHILLES CORPORATION), 25 November, 1997 (25.11.97), Full text, (Family: none)	1-12
A	JP, 10-052895, A (Sumitomo Chemical Company, Limited), 24 February, 1998 (24.02.98), Full text, (Family: none)	1-12

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
 "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 "E" earlier document but published on or after the international filing date
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
09 February, 2000 (09.02.00)

Date of mailing of the international search report
29 February, 2000 (29.02.00)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. ⁷ C01B33/44 , C09C1/40 , C09K3/00 , A01G9/14 , A01G13/02

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. ⁷ C01F1/00-17/00 , C01B33/20-33/44 , A01G9/00-9/26 , A01G13/00-13/10

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2000年
 日本国登録実用新案公報 1994-2000年
 日本国実用新案登録公報 1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, 09-279124, A, (富士化学工業株式会社) 28. 10月. 1997 (28. 10. 97), 全文参照, (ファミリーなし)	1-12
A	JP, 09-302158, A, (アキレス株式会社) 25. 11月. 1997 (25. 11. 97), 全文参照, (ファミリーなし)	1-12
A	JP, 10-052895, A, (住友化学工業株式会社) 24. 2月. 1998 (24. 02. 98), 全文参照, (ファミリーなし)	1-12

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献
 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日
09. 02. 00国際調査報告の発送日
29. 02. 00

国際調査機関の名称及びあて先
 日本国特許庁 (ISA/J P)
 郵便番号 100-8915
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)
 関 美祝
 電話番号 03-3581-1101 内線 3414

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER: _____**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

THIS PAGE BLANK